Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

Introdução aos fundamentos de LABORATÓRIO E A ANÁLISE QUÍMICA CLÁSSICA E INSTRUMENTAL

Atena Editora
Ano 2024

Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

Introdução aos fundamentos de LABORATÓRIO E A ANÁLISE QUÍMICA CLÁSSICA E INSTRUMENTAL

Atena
Editora
Ano 2024

Editora chefe
Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira
Editora executiva
Natalia Oliveira
Assistente editorial
Flávia Roberta Barão
Bibliotecária
Janaina Ramos
Projeto gráfico
Ellen Andressa Kubisty
Luiza Alves Batista
Nataly Evilin Gayde
Thamires Camili Gayde
Imagens da capa
iStock
Edição de arte
Luiza Alves Batista

CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA E ENGENHARIAS

Introdução aos fundamentos de laboratório e a análise química clássica e instrumental

Diagramação: Nataly Evilin Gayde
Correção: Maiara Ferreira
Indexação: Amanda Kelly da Costa Veiga
Revisão: O autor
Autor: Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

P192 Paniagua, Cleiseano Emanuel da Silva
Introdução aos fundamentos de laboratório e a análise química clássica e instrumental / Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua. – Ponta Grossa - PR: Atena, 2024.

Formato: PDF
Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader
Modo de acesso: World Wide Web
Inclui bibliografia
ISBN 978-65-258-2634-9
DOI: https://doi.org/10.22533/at.ed.349240307

1. Química. I. Paniagua, Cleiseano Emanuel da Silva. II. Título.
CDD 540

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166

Atena Editora
Ponta Grossa – Paraná – Brasil
Telefone: +55 (42) 3323-5493
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br

DECLARAÇÃO DO AUTOR

O autor desta obra: 1. Atesta não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao conteúdo publicado; 2. Declara que participou ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão.; 3. Certifica que o texto publicado está completamente isento de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirma a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhece ter informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autoriza a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.

CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA E ENGENHARIAS

DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access, desta forma* não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de *e-commerce,* ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.

PREFÁCIO

A presente obra foi elaborada e dividida em oito capítulos, a fim de contribuir com o processo de ensino-aprendizagem em disciplinas de Análises Químicas nos mais variados cursos técnicos e de nível superior ofertados em todo o território nacional.

Neste sentido, o trabalho foi dividido em oito capítulos, a saber: ***i)* capítulo de 1 e 2** – apresenta informações relevantes em relação as Boas Práticas de Laboratório (BPL), normas de segurança e utilização de equipamentos de proteção individual e coletivo; ***ii)* capítulo 3 –** se dedica a apresentar e discutir as técnicas envolvidas na coleta de uma amostra representativa (amostragem) de uma determinada matriz (sólido, liquido e gasoso) a ser analisado em um laboratório, constituindo-se na etapa mais crítica e crucial de uma análise a ser realizada; ***iii)* capítulo 4 –** descreve as principais vidrarias e reagentes a serem utilizadas no preparo das principais soluções, bem como a forma correta de armazená-las dentro de um laboratório;; *i**v)*** **capítulo 5** – apresenta uma abordagem de aplicação de todos os conceitos anteriores, com vistas a determinação qualitativa e quantitativa de analitos de interesse em diferentes tipos de amostras (água, solo, alimentos, minerais entre outros); ***v) capítulo 6* –** apresenta e discute os principais métodos clássicos de análise (gravimetria e volumetria) e suas especificidades; ***vi)* capítulo 7** – apresenta e discute algumas técnicas instrumentais de análise, tais como: métodos eletroanalíticos (potenciometria e condutiometria); espectroanalíticos (espectrofotometria UV-Vis, fotometria de chama e espectroscopia de absorção/emissão atômica), cromatográficos (liquida de alta eficiência e gasosa) entre outras técnicas (Polarimetria e Refratometria) e; ***vii)* capítulo 8 –** se constitui no último capítulo da presente apostila e trata sobre a importância de se utilizar o conhecimento químico na melhor gestão e redução de resíduos químicos gerados em rotinas de laboratório, bem como a importância de rotulá-los corretamente para uma melhor destinação final dos resíduos.

Espero poder contribuir, colaborar e compartilhar minha formação e experiência na área de Análises Químicas, apresentando os pilares desta Ciência Química de forma interativa e contextualizada, a fim de possibilitar não só o conhecimento cientifico, mas também a construção de um senso crítico e analítico a ser desenvolvido pelo futuro profissional em relação a escolha da melhor técnica a ser utilizada frente ao problema apresentado.

Sucesso a todos (as)!

Prof. Dr. Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

LISTA DE SIGLAS

AAS	Espectroscopia de Absorção Atômica
AR	Açúcares redutores
BPL	Boas Práticas de Laboratório
CCD	Cromatografia em Camada Delgada
CG	Cromatografia Gasosa
CLAE/HPLC	Cromatografia Líquida de Alta Eficiência
EPC's	Equipamentos de Proteção Coletivo
EPI's	Equipamentos de Proteção Individual
FAAS	Espectroscopia de Absorção Atômica por Chama
FAES	Espectroscopia de Emissão Atômica por Chama
FC	Fotometria de Chama
FE	Fase Estacionária
FM	Fase Móvel
FISPQ	Fichas de Informação de Segurança para Produtos Químicos
GFAAS	Atomização em Forno de Grafite
GHS	Globally Harmonized Syste
IR	Índice de refração
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada
Kps	constante do produto de solubilidade
LCO	Lâmpada de Cátodo Oco
Ppm	Partes por milhão
Ppb	Partes por bilhão
POL	Porcentagem em Massa de Sacarose Aparente em Solução

SUMÁRIO

SUMÁRIO

BOAS PRÁTICAS DE LABORATÓRIO (BPL)

1 . INTRODUÇÃO

A palavra “laboratório” é proveniente do termo ***labor*** que significa trabalho e ***oratium***– local de reflexão. Portanto, laboratório refere-se a um local de trabalho e concentração, não necessariamente perigoso, desde que sejam tomadas as devidas precauções. Logo, um ambiente de laboratório é um local onde podem ser encontrados produtos químicos com características inflamáveis e/ou tóxicas que serão manuseados durante o trabalho. A fim de se evitar ou reduzir o risco de acidentes, se faz necessário a adoção de um comportamento adequado dos profissionais que atuam no ambiente laboratorial. Logo, as Boas Práticas de Laboratório (BPL) se constituem em um sistema de qualidade em relação ao processo organizacional e às condições de trabalho referentes à saúde e meio ambiente que são planejados, realizados, monitorados, registrados, arquivados e relatados. A fim de que o trabalho em um laboratório seja bem realizado, se faz necessário a ordem, o método, bem como o respeito às normas de segurança na utilização de materiais e produtos químicos (FIGUEIREDO et al., 2012).

1.1 Condutas e atitudes dos usuários do laboratório

As pessoas que trabalham em um laboratório (técnicos, analistas, pessoas da limpeza dentre outros), devem adotar os seguintes procedimentos de segurança:

- Não fumar;
- Não ingerir alimentos ou bebidas;
- Usar calça comprida e sapato fechado;
- Usar jaleco de manga longa e abotoado;
- Manter os cabelos longos presos e se necessário fazer o uso de touca;
- Não levar a mão à boca ou aos olhos;
- Lavar as mãos antes e após qualquer atividade laboratorial e;
- Evitar Trabalhar sozinho.

Figura 1: condutas inadequadas no laboratório

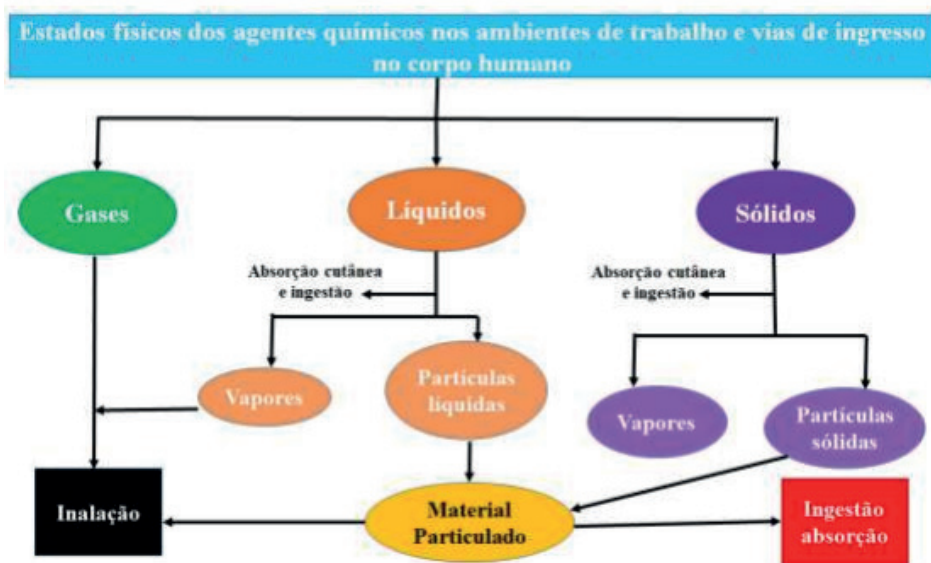
Fonte: acervo do autor (2024)

1.2 Riscos relacionados aos produtos químicos

Constitui-se nos riscos provenientes das propriedades dos produtos químicos, na qual o laboratorista e até pessoas da limpeza, podem estar submetidos durante a permanência no ambiente laboratorial. Entre os riscos relacionados aos produtos químicos, podemos citar:

- **Contato com a pele:** queimaduras, alergias e absorção cutânea;
- **Inalação:** se constitui na principal via de intoxicação, podem ocorrer por meio da absorção de gases, vapores, poeiras e aerossóis pelos pulmões e, consequente, distribuição para a corrente sanguínea;
- **Absorção cutânea:** irritações superficiais e sensibilizações da pele em função da combinação das propriedades das substâncias químicas com as proteínas e;
- **Por ingestão:** pode ocorrer de forma acidental ou pela ingestão de partículas que estejam retidas no trato respiratório, resultantes da inalação de pós ou fumos. Além disso, a ingestão de alimentos e contaminação das mãos se constitui em outra fonte de contaminação.

Os riscos de contaminação por produtos químicos podem ser resumidos no fluxograma da Figura 2 abaixo:

Figura 2: Fluxograma dos riscos por contato com produtos químicos

Fonte: O autor (2023).

1.3 Medidas a serem adotadas em relação aos metodologia de trabalho

A fim de aumentar a segurança dos usuários de um laboratório, se faz necessário a adoção de medidas em relação à metodologia de trabalho. Para tanto se faz necessário: ***i)*** evitar/abolir improvisações durante o trabalho; ***ii)*** o não conhecimento prévio das propriedades tóxicas dos produtos a serem manipulados; ***iii)*** os primeiros socorros em caso de acidente; ***iv)*** a funcionalidade da capela de exaustão de gases, extintores de incêndio, chuveiro e lava-olhos de emergência e também:

- Se você não conhece a reação a ser processada em laboratório, deve-se testar na menor escala possível dentro de uma capela;
- Ao se retirar um líquido para ser utilizado, procure saber o volume a ser utilizado e os meça em provetas, pipetas e buretas, a fim de retirar o menor volume possível;
- Jamais utilize a mesma pipeta para dosar líquidos diferentes, evitando a contaminação dos frascos e garantindo a inexistência de erros provenientes de tal descuido;
- Antes de abrir um frasco, leia atentamente o rótulo do mesmo para evitar acidentes e/ou situações indesejadas;
- Nunca abandone tampas de frascos abertos em bancada do laboratório, ao manusear segure com a própria mão que segura à pipeta;
- Sempre recoloque as tampas nos frascos que não serão mais utilizados, a fim de evitar a contaminação e/ou perdas por volatilização;
- Nunca deixem de rotular de forma adequada os frascos com soluções recém preparadas;
- Ao utilizar uma pisseta para conter líquido que não seja água destilada, jamais se esqueça de rotulá-la corretamente;
- Proteja os rótulos dos frascos de reagentes, evitando escorrer líquidos em sua superfície, sendo aconselhável segurar os frascos com a palma da mão sobre o rótulo;
- Nunca retorne reagentes para os seus frascos de origem;
- Não armazene substâncias oxidantes próximas a líquidos voláteis ou inflamáveis;
- Não utilize material de vidro trincado, lascado ou corroído
- Sempre adicione ácido à água e **nunca** o contrário;
- Ao diluir ou dissolver um ácido ou uma base, adicione-o lentamente sobre a água com agitação. Se necessário, use resfriamento;
- Sempre utilize capela quando forem efetuadas evaporações com solventes ou reações que liberem gases tóxicos;

- Não deixe aparelhagem alguma em funcionamento sem a supervisão de alguém, salvo equipamentos que são projetados para longos períodos de análise de forma contínua;
- Redobre a atenção a qualquer operação em que haja aquecimento;
- Apague sempre fontes de fogo (bico de gás, lamparina) quando não estiverem sendo utilizados;
- Líquidos submetidos à ebulição durante longos períodos deve-se utilizar pedras de ebulição, evitando o derramamento do líquido e possíveis queimaduras;
- Nunca aqueça qualquer sistema completamente fechado;
- Use sempre o banho-maria para aquecer solventes orgânicos;
- Cuidado com peças aquecidas, pois a aparência delas é igual à das frias, uma queimadura nestas circunstâncias é comum;
- Ao ligar qualquer aparelho, verifique se a tensão da rede corresponde à indicada na etiqueta do aparelho;
- Não ligue ou desligue um interruptor elétrico sem antes verificar quais instalações que se relacionam, direta ou indiretamente com o mesmo
- Não manuseie equipamentos elétricos com as mãos molhadas;
- Ao fazer vácuo, procure utilizar recipientes capazes de suportar a pressão negativa (frascos de kitassato, por exemplo);
- Não realize montagens instáveis de aparelhos, tais como aquelas que utilizam livros, lápis ou caixas de fósforo como suportes;
- Quando aparelhos forem montados com garras, essas não devem ser muito apertadas e, caso necessário, peça ajuda para a sua colocação;
- Proteja as mãos com luvas apropriadas ou enrole a peça de vidro em toalha antes de proceder à operação;
- Todo material deve ser lavado imediatamente após o uso;
- Não utilize solventes orgânicos para a limpeza, a não ser quando possuir tal instrução;
- Proceda à lavagem de todo material após o uso e/ou ao término do seu horário de trabalho;
- Lave sempre, imediatamente, os respingos de produto sobre a pele, qualquer que seja a sua natureza;
- Antes de deixar o laboratório, lave a vidraria utilizada, limpe a bancada de trabalho e lave as mãos criteriosamente e;
- Ao retirar-se do laboratório, verifique se todos os aparelhos estão desligados e se há torneiras de água ou gás abertas.

PROCEDIMENTOS DE SEGURANÇA E SAÚDE E MEIO AMBIENTE

1 . INTRODUÇÃO

Ao se trabalhar em um laboratório, deve-se ter total ciência e consciência de que procedimentos realizados dentro do ambiente laboratorial, podem afetar não só a saúde dos seus usuários, mas de pessoas externas e, principalmente, o meio ambiente que pode ser poluído por meio do descarte inadequado de reagentes em pias de laboratório. Diante disso, se faz necessário a adoção de inúmeras medidas de segurança.

1.1 Riscos à saúde de pessoas que trabalham no laboratório

Os profissionais que trabalham em um laboratório devem ficar atentos com pequenas atitudes que parecem não oferecer riscos, se for realizado de forma ocasional. Entretanto, é neste momento que reside o grande perigo, entre os quais: ***i)* pipetar substâncias químicas com a boca:** jamais realize esta prática, mesmo que lhe seja dado à ordem para fazê-la, proceda sempre da forma mais segura, conforme dispõe os inúmeros manuais de segurança; ***ii)* não teste produtos químicos pelo odor ou sabor:** tal prática é abolida e repudiada em qualquer ambiente laboratorial, lembre-se que muitas substâncias podem ter a mesma cor e induzi-lo a realizar tal prática. Sempre utilize as metodologias sugeridas e/ou recomendadas para se realizar a identificação de substâncias que perderam o rótulo ou se encontra ilegível; ***iii)* não posicione tubos de ensaio ou frascos em aquecimento voltados para o seu lado ou de qualquer outra pessoa:** esta prática é causa de muitos acidentes em laboratórios, nos quais realizam procedimentos de aquecimento de tubos, devendo o operador garantir que o liquido não seja projetado para o lado de ninguém.

1.2 Riscos à saúde de pessoas que realizam a limpeza do laboratório

A saúde e bem estar de alguém que realiza a limpeza do laboratório é de responsabilidade de todos aqueles que trabalham neste espaço, devendo-se garantir a integridade física destes colaboradores a partir da adoção das seguintes medidas: ***i)* grau de instrução:** não se deve permitir que uma pessoa analfabeta ou com pouca leitura, realize a limpeza do laboratório, uma vez que tal espaço é constituído de inúmeros sinais de segurança e informações de manuseio que não permitem o completo entendimento da pessoa; ***ii)* atribuições de colaborador da limpeza:** a pessoa responsável pela limpeza **NÃO** deve realizar a lavagem de vidrarias e/ou limpeza de locais com aparelhos e reagentes. Além disso, a limpeza do chão do laboratório e/ou de bancadas livres de materiais deve ser realizada na presença de alguém que trabalha no laboratório.

Os riscos de contaminação por produtos químicos podem ser resumidos no fluxograma da Figura 2 abaixo:

1.3 Descarte de vidrarias no lixo

O procedimento a ser adotado, não é tão diferente do que é recomendado na coleta de lixo residencial, devendo-se atentar a: ***i)*** lavagem de frascos antes da destinação final com orientação de que o mesmo não deve ser reutilizado; ***ii)*** vidrarias quebradas devem ser, preferencialmente, pulverizadas e colocadas em caixas fechadas com os dizeres **"Cuidado! Vidraria quebrada",** a fim de que catadores de recicláveis ou os garis do serviço de limpeza urbana venham a sofrer cortes durante o manuseio.

1.4 Descarte de soluções na pia de laboratório

É muito comum se pensar que em função da pequena dose da solução a ser descartada na pia, não implicará em maiores riscos em termos de contaminação de recursos hídricos e danos ao meio ambiente. O descarte de soluções em alguns casos é recomendável, desde que cumpridas às exigências: ***i)*** **soluções que possuem algum componente tóxico:** devem ser recolhidas em frascos apropriados e devidamente rotulados para que seja encaminhada a incineração; ***ii)*** **soluções extremamente ácidas ou alcalinas:** o descarte pode ocorrer na pia, após a neutralização da solução com abundância de água corrente; ***iii)*** **solventes orgânicos (diclorometano, clorofórmio, éter etílico, acetato de etila, éter de petróleo e outros):** não devem ser descartados na pia em nenhuma hipótese e serem recolhidos em frascos próprios para solventes para serem levados a incineração.

1.5 Utilização de EPI's e EPC's em ambiente laboratorial

Todo ambiente de trabalho faz uso de Equipamentos de Proteção Individual (EPI's) e Proteção Coletiva (EPC's), sendo o mais comum o de uso individual. Uma luva, de acordo as características do trabalho, pode ser utilizada por um enfermeiro (área da saúde), um pedreiro (construção civil), um eletricista, um gari (serviço de limpeza urbana), uma doméstica entre tantas outras profissionais. Em um laboratório de controle de qualidade os EPI's são variados, conforme apresentado no próximo tópico:

1.5.1 Equipamentos de proteção individual (EPI's)

São dispositivos de uso individual destinado a proteger a saúde e a integridade física do trabalhador. Deve ser usado apenas para a finalidade a qual se destina e não deve ser usado fora do ambiente de trabalho, entre os EPI's mais utilizados se destacam: ***i)*** **luvas**; ***ii)*** **óculos de proteção e protetor facial**; ***iii)*** **jalecos ou aventais e;** ***iv)*** **máscaras** que serão apresentados nos próximos tópicos.

1.5.1.1 Luvas

Em geral, são utilizadas em ocasiões que requerem a proteção das mãos. Logo, para cada procedimento há uma luva apropriada, podendo ser de: borracha, nitrílicas, cirúrgicas e para alta temperatura. Escolher a luva adequada ao tipo de material e/ou produto químico com o qual esteja trabalhando

Figura 3: tipos de luvas mais utilizadas em laboratório **(A) látex:** limpeza em geral; **(B) emborrachada nitrílica:** resistente a abrasão **(C) proteção:** contra corte e altas temperaturas.

Fonte: Acervo do autor (2024)

Observação: luvas descartáveis não devem ser reutilizadas

1.5.1.2 Óculos de proteção e protetor facial

Os óculos de proteção (segurança) são utilizados para a proteção da visão contra eventuais impactos de partículas voláteis, contra radiação ultravioleta (UV-C) e possíveis respingos de produtos químicos entre outras utilidades. Por outro lado, os protetores faciais conferem uma proteção completa da face do rosto contra impactos de partículas voláteis e contra respingos de produtos químicos, conforme apresentado na Figura 4.

Figura 4: (A) óculos de proteção para uso geral; (B) óculos de proteção contra radiação UV-C e (C) protetor facial

Fonte: Acervo do autor (2024).

1.5.1.3 Jalecos ou aventais

Estes utensílios são utilizados como barreira de proteção entre a roupa e respingos de produtos químicos. Logo, uma substância ao respingar sobre um jaleco, atua de forma a proteger a pele da pessoa e a sua imediata retirada para os primeiros socorros, justificando assim a escolha por jalecos de manga longa, que possam ser abotoados, e de preferência de algodão, a fim de retardar a reação do tecido com o reagente, conforme mostrado na Figura 5.

Figura 5: modelo de jaleco/avental

Fonte: Acervo do autor (2024).

Observe na Figura 5, que o modelo de jaleco pode vir com dois bolsos nas laterais no nível dos braços e um frontal no nível do peito, em ambos pode-se utilizar para guardar uma caneta ou objeto de pequeno porte que será utilizado durante o horário de trabalho.

1.5.1.4 Máscaras de proteção

As máscaras respiradoras descartáveis são indicadas para a manipulação de reagentes altamente tóxicos e voláteis. Já as máscaras com filtro são indicadas para usuários que ficam expostos a partículas sólidas e líquidas, poeiras, fumos e névoas, substâncias gasosas ou com vapores

Figura 6: (A) máscara de respiração descartável e **(B)** máscara com filtro

Fonte: Acervo do autor (2024).

1.5.2 Equipamentos de proteção coletiva (EPC's)

São equipamentos fornecidos pelas empresas, com o intuito de oferecer maior proteção aos trabalhadores dos riscos que podem estar expostos. Constituem-se em equipamentos instalados em ambientes de uso coletivo. Entre os EPC's mais utilizados em um laboratório de análise de qualidade temos: ***i)*** **extintor de incêndio**; ***ii)*** **chuveiro e lava-olhos** e ***iii)*** **capela de exaustão de gases**, conforme será apresentado e discutido nos próximos tópicos.

1.5.2.1 Extintor de incêndio

O extintor age resfriando o material combustível, interrompendo a reação em cadeia ou eliminando o oxigênio do ambiente para extinguir o fogo. Logo, o seu uso é bastante amplo podendo ser utilizados em incêndios residências, comerciais, indústrias, veículos, laboratórios de análises, entre outros. Para a utilização de um extintor de incêndio em um laboratório de controle de qualidade, recomenda-se iniciar o combate ao fogo com o tipo pó químico e o de CO_2

Figura 7: Tipos de extintores utilizados em laboratórios de química

Fonte: Acervo do autor (2024).

1.5.2.2 Chuveiro e lava-olhos

Constitui-se em um equipamento imprescindível em laboratórios de análises químicas, visto que se destinam a eliminar e/ou minimizar os danos causados por acidentes nos olhos e/ou face e em qualquer parte do corpo. Este EPC deve ser instalado em local de acesso livre e que não cause obstrução para se chegar as portas de saída de laboratório. Em função de o seu uso ser esporádico, não necessita de instalações sofisticadas e/ou inúmeros adequações para o seu uso, o modelo de um chuveiro e lava-olhos é apresentada na Figura 8.

Figura 8: Exemplo de um chuveiro e lava-olhos

Fonte: Acervo do autor (2024)

1.5.2.3 Capela de Exaustão de Gases

É um equipamento essencial para laboratórios que manipulam produtos químicos, tóxicos, vapores agressivos, partículas ou líquidos em quantidades e concentrações perigosas, prejudiciais à saúde. Sua utilização é obrigatória em laboratórios que trabalham com a manipulação de reações perigosas, visto que a função primária é exaurir vapores, gases e fumos. Sua função secundária se constitui em uma barreira física entre as reações químicas e o ambiente do laboratório, conferindo uma proteção aos usuários e ao ambiente contra possíveis explosões de gases nocivos e tóxicos, conforme apresentado na Figura 9.

Figura 9: Modelos de capela de exaustão de gases

Fonte: Acervo do autor (2024).

É importante salientar que existem mais EPC's que podem ser utilizados para diferentes materiais, mas em um laboratório químico ou de controle de qualidades os três EPC's citados são os mais utilizados.

Outro fator que se encontra associado diretamente a segurança individual e coletiva de pessoas que trabalham em laboratórios químicos e/ou de controle de qualidade, está na gestão do armazenamento de estoques de reagentes químicos e na destinação final de resíduos gerados durante a rotina de trabalho em um laboratório (FIGUERÊDO, 2006; MACHADO; SALVADOR, 2005). Logo, se faz necessário conhecer a forma mais correta e segura de gerenciar produtos químicos, conforme será apresentado e discutido no próximo capítulo.

TÉCNICAS DE AMOSTRAGEM

1 . INTRODUÇÃO

A amostragem consiste em selecionar e remover uma amostra representativa, isto é, deve conter todos os constituintes presentes na amostra. Se a amostra for líquida, se faz necessário que a mesma seja completa e perfeitamente misturada antes de se retirar a alíquota a ser amostrada. Se a amostra for sólida, faz-se necessário homogeneizá-la mesmo se tiver passado por um processo de separação, visto que as porções da amostra podem apresentar diferentes densidades.

Frente ao exposto, faz-se necessário definir alguns termos que serão bastante utilizados durante este capítulo, tais como: amostra (porção que representa o todo), subamostra (quando a amostra é homogeneizada e dividida entre diferentes laboratórios), amostra laboratorial (preparada no laboratório), alíquota amostrada (material pesado ou selecionado para análise a partir da amostra laboratorial). Neste sentido, a amostragem se constitui no “calcanhar de Aquiles” da análise química, visto que um erro é capaz de comprometer toda a sequência analítica. Para tanto, se faz necessário conhecer as diferentes etapas que compõem o processo de amostragem.

1.1 Dissolução da amostra

Constitui-se em uma etapa fundamental no processo de amostragem, sendo desejável a utilização de água como solvente. Para tanto, faz-se necessário testar a solubilidade de uma parte da amostra (inferior a 20 mg) em água. Se a amostra não se dissolver rapidamente, utilize a agitação e aquecimento por vários minutos em banho-maria. Persistindo a não dissolução, adicione algumas gotas de água e verifique se a dissolução está ocorrendo. Permanecendo um resíduo insolúvel na água, teste a solubilidade em HNO_3 ou HCl a 6,0 mol/L até que o resíduo se desfaça e forme uma solução homogênea. Em muitas situações seria mais fácil e rápido a dissolução da amostra em ácidos, mas deve ser evitado em função do fato que o excesso de ácido demanda neutralização ou ser removido por evaporação.

1.2 Medidas de quantidade

A quantidade de solução líquida a ser medida é realizada em gotas ou mililitros (mL), sendo que uma gota padrão corresponde a 0,05 mL e 20 gotas correspondem a um mL. Apesar do fato do volume da gota poder variar em termos tanto das dimensões dos conta-gotas, quanto com as propriedades químicas dos reagentes, supõe-se que não ocorra tais variações. Se o preparo requer um instrumento com maior precisão de volumes, indica-se o uso de pipetas calibradas. Para soluções sólidas, a balança analítica com sensibilidade de 10 mg (0,01g) é suficiente para a grande maioria das amostras.

1.3 Adição de reagentes

Os reagentes devem ser preservados contra toda e qualquer forma de contaminação, entre elas o uso de conta-gotas supostamente contaminados, devendo-se mantê-los acima dos tubos, outros recipientes e sem tocá-los. Na reação de neutralização é desejável adicionar menos de uma gota de reagente. Para tanto, comprima levemente o bulbo do conta-gotas e remova com um bastão limpo a fração de uma gota que emerge primeiro da extremidade do conta-gotas, mergulhe então o bastão na solução.

1.4 Tratamento preliminar de amostras

As etapas preliminares são importantes e se fazem necessárias dependendo do estado em que as amostras são coletadas e, em alguns casos, podendo ser realizadas antes e/ou depois de serem entregues no laboratório de análises. As operações envolvem métodos físicos, tais como secagem, moagem, peneiramento, refrigeração, agitação magnética ou simples polimento. Dentre os métodos citados, abordar-se-á a secagem, moagem e peneiramento.

- **Secagem:** tem por objetivo a eliminação de umidade, por meio de aquecimento à 105 ºC (estufa comum) e 60 ºC (estufa com circulação de ar) com posterior acondicionamento sob vácuo, em dessecador (garante a conservação da amostra) podendo utilizar o processo de liofilização (congelamento seguido de vácuo com ou sem temperatura.
- **Moagem:** consiste na fragmentação da amostra que resulta em partículas de tamanhos menores, aumentando a área superficial e o volume da amostra. O processo facilita as etapas de dissolução, decomposição e de extração. A moagem pode ser promovida por meio do esmagamento entre duas superfícies, fricção contra uma superfície, alteração e fragilização da estrutura.
- **Peneiramento:** é um dos métodos mais usados para avaliação e classificação da distribuição do tamanho das partículas.

Conforme informado anteriormente existem outras técnicas com o intuito de preparar a amostras, mas não serão abordadas em função de seu amplo e longo conhecimento que faz com que o preparo de amostra ser uma área da química analítica especializada no tema.

1.5 Acondicionamento e conservação de amostras

Nenhum material é absolutamente resistente a uma solução, pois cada elemento presente no material será encontrado na solução em maior ou menor quantidade, sendo esta dependente: da composição do material, do tempo de contato e da temperatura. Logo, deve-se evitar que processos físicos (volatilização, adsorção e dessorção em

superfícies), químicos (reações fotoquímicas, oxidações e precipitações) e biológicos (reações enzimáticas e biodegradação) alterem a composição da amostra. Entretanto, não há como manter a integridade, indefinidamente, de nenhuma amostra, conforme exemplos apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Condições de preservação e validade de amostras com diferentes parâmetros

Parâmetro	Preservação	Frasco	Validade
pH e temperatura	----	----	Imediatamente ***In situ***
Br^-, Cl^- e F^-	----	Plástico ou vidro	Até 28 dias
Cl^-	----	Plástico ou vidro	Imediatamente ***In situ***
I^-	Refrigeração em 4 ºC	Plástico ou vidro	Até 24 h
NO_3^- e NO_2^-	Refrigeração em 4 ºC	Plástico ou vidro	Até 48 h
S^{2-}	Refrigeração em 4 ºC, adição de $ZnAc_2$ e NaOH até pH = 9	Plástico ou vidro	Até 7 dias
Metais dissolvidos	Filtrar ***in situ,*** acidificar (pH = 2) com HNO_3	Plástico	Até 6 meses
Metais totais	acidificar (pH = 2) com HNO_3	Plástico	Até 6 meses
Cr(VI)	Refrigeração em 4 ºC	Plástico	Até 24 h
Hg	acidificar (pH = 2) com HNO_3	Plástico	28 dias
Carbono orgânico	Refrigeração em 4 ºC, adição de H_3PO_4 até pH=2	Plástico ou vidro âmbar	28 dias
PCB's	Refrigeração em 4 ºC	Vidro ou teflon	7 dias para extrair, 40 dias depois
DBO ou DQO	Refrigeração em 4 ºC	Plástico ou vidro	48 e 28 h respectivamente

Fonte: Acervo do autor (2024).

PREPARO DE SOLUÇÕES

1. INTRODUÇÃO

O preparo e padronização de soluções se constituem em uma etapa primordial para o bom êxito de uma Análise Química, visto que soluções preparadas de forma incorreta e/ou equivocada influenciarão tanto na análise qualitativa, quanto quantitativa de um determinado analito de interesse. Entretanto, conhecer e saber utilizar o conjunto de vidrarias mais adequado para o preparo de soluções, se constituem em uma etapa essencial para se evitar inúmeros erros provenientes do analista.

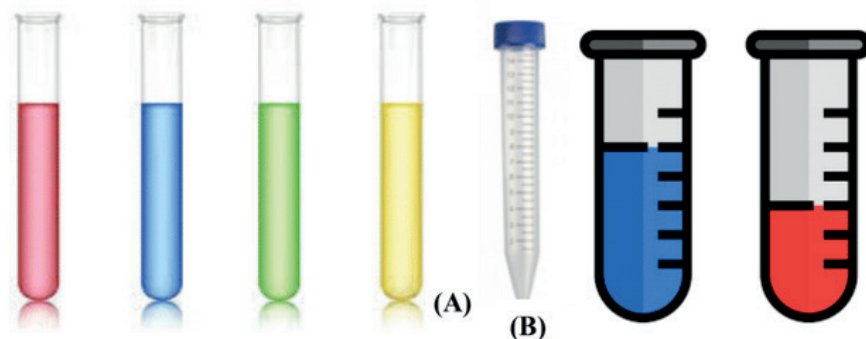
1.1 Vidrarias

As vidrarias utilizadas em um laboratório são, majoritariamente, de vidro e demandam um maior cuidado em seu manuseio, a fim de se evitar acidentes com os usuários do laboratório. Tais materiais podem ser de vidro do tipo comum, borossilicato, pirex ou de quartzo fundido.

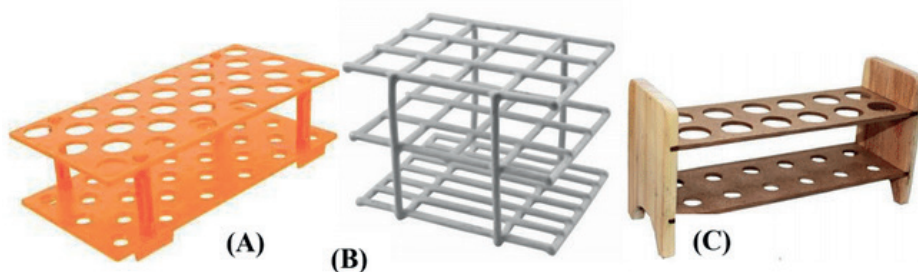
O vidro de borossilicato é composto por uma mistura sintética de óxidos semelhantes aos do vidro comum, porém com a adição de 12% de óxido de boro (B_2O_3), sendo a vidraria mais utilizada no laboratório. Tais vidros apresentam inúmeras propriedades, entre as quais: baixo conteúdo alcalino e não apresenta nenhum elemento do grupo magnésio-cálcio-zinco, metais pesados, arsênio e antimônio; são quimicamente inertes, exceto com o ácido fluorídrico (HF), ácido fosfórico (H_3PO_4) e bases fortes e quentes e; apresentam grande resistência a choques térmicos em função do baixo coeficiente de dilatação, possibilitando sucessivos aquecimentos e resfriamentos sem oferecer perigo de quebra. Por outro lado, o vidro Pyrex também apresentam grande aplicabilidade no preparo de frascos de laboratório e utensílios culinários contendo óxido de boro substituído, parcialmente, pela sílica.

Entre as vidrarias mais utilizadas em laboratório, pode-se dividir em dois grupos as volumétricas e as não-volumétricas, possuindo inúmeras especificidades de uso.

A – Tubos de ensaio: usado em reações químicas, principalmente em testes de reação. São classificadas como vidrarias não volumétricas, podendo ser de vidros ou de polipropileno, conforme a Figura 10.

Figura 10: Tubos de ensaio de (a) vidro e de (b) polipropileno

Fonte: Acervo do autor (2024).

B - Suporte de tubo de ensaio: utilizado para manter vários tubos de ensaio na posição vertical durante seu uso, podendo ser confeccionados em polipropileno, metal e madeira, conforme apresentado na Figura 11.

Figura 11: Diferentes suportes de tubo de ensaio (a) plástico, (b) metálico e (c) madeira

Fonte: Acervo do autor (2024).

C - Becker: usado para aquecimento de líquidos, reações de precipitação, etc. Está entre os recipientes mais usados em laboratório. A capacidade varia de alguns mililitros até litros. Feitos de vidro Pyrex, resistem bem ao aquecimento, ao resfriamento e ao ataque por reagentes químicos. São recipientes de fácil limpeza e se enquadram no grupo de vidrarias não volumétricas, conforme Figura 12.

Figura 12: Frasco béquer de (a) vidro borossilicato e de (b) plástico

Fonte: Acervo do autor (2024).

D – Erlenmeyer: usado em análises titulométricas e aquecimento de líquidos. Podem ser encontrados em diferentes graduações volumétrica, conforme Figura 13.

Figura 13: Erlenmeyers de (a) vidro borossilicato e de (b) polipropileno

Fonte: Acervo do autor (2024).

E - Balão volumétrico: se constitui em um frasco volumétrico de alta precisão e exatidão, utilizada no preparo de soluções líquidas e se apresenta em diferentes volumes exatos definidos pelo menisco. Existem balões de plásticos, mas são pouco comuns nas diferentes rotinas de laboratório, conforme Figura 14

Figura 14: Balões volumétricos de vidro com diferentes capacidades de volumes

Fonte: Acervo do autor (2024).

F – Proveta graduada: usada para medidas aproximadas de volumes de líquidos. Comumente é graduada em mililitros (erro da leitura ± 0,5 mL). Classificada como vidraria volumétrica, não devendo ser aquecida e/ou colocada em contato com líquidos muito quentes. Podem ser encontradas em diferentes volumes, constituída de vidro ou plástico, conforme Figura 15.

Figura 15: Proveta de vidro e de plástico

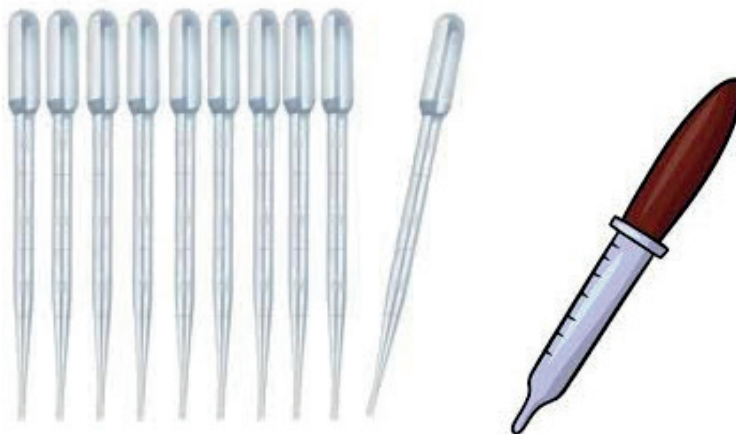
Fonte: Acervo do autor (2024).

G – Pipeta graduada e volumétrica: a primeira é utilizada para medir volumes variáveis de líquidos, enquanto a segunda medi precisamente volumes fixos de líquidos. O liquido é introduzido na parte superior da vidraria, acima do menisco, conforme Figura 16.

Figura 16: Pipeta de vidro (a) graduada e (b) volumétrica

Fonte: Acervo do autor (2024).

H – Pipeta Pasteur ou conta gota: são confeccionadas em materiais de plástico, possuem graduação ao longo de sua extensão e, em geral, não reaproveitáveis no laboratório. São utilizadas para realizar a transferência de pequenas quantidades de líquidos e podem ser encontradas em diferentes tamanhos (1, 3 e 5 mL), conforme imagem da Figura 17

Figura 17: Exemplo de pipeta Pasteur

Fonte: Acervo do autor (2024).

I – Funil de vidro: usado em transferência de líquidos e em filtrações simples de laboratório. O funil com haste longa é chamado de funil analítico. Apresenta duas aplicações importantes: na transferência de líquidos para frascos de boca estreita ou em filtração, para suportar o papel poroso (papel de filtro) destinado a reter as partículas grosseiras, em suspensão na mistura sólido-líquida a ser separada, conforme a Figura 18.

Figura 18: Modelos de Funis Analíticos de diferentes tamanhos

Fonte: Acervo do autor (2024).

J – Frasco Reagente: usado para o armazenamento de soluções, sendo que o âmbar é o mais indicado diante em função de reduzir a fotodegradação da amostra, conforme a Figura 19.

Figura 19: Frasco reagente tipo Âmbar em diferentes tamanhos

Fonte: Acervo do autor (2024).

K – Bico de Bunsen: Usado em aquecimentos de laboratório. Usado para aquecimento em laboratório, pela queima de gás. Produz chama cônica em que a zona mais quente pode chegar a 1.500ºC. De acordo com a relação entre as velocidades de entrada de gás combustível e ar, teremos chama azulada (quando a mistura combustível for pobre, ou seja, com excesso de ar), conforme Figura 20

Figura 20: Modelos de Bicos de Bunsen existentes

Fonte: Acervo do autor (2024).

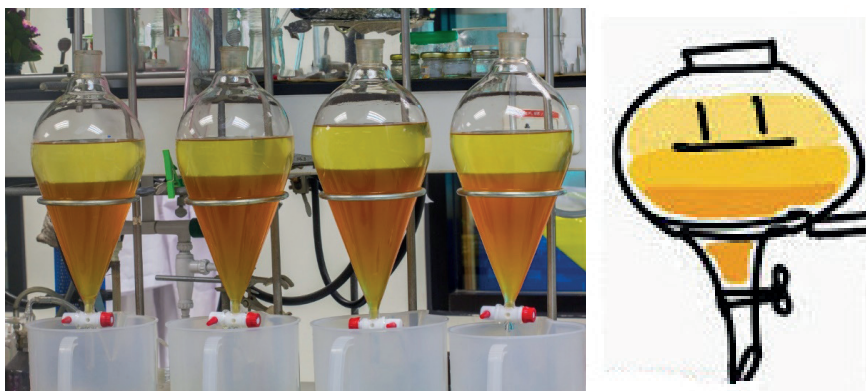
Observação: Em função do reduzido uso de chama de gás, os laboratórios mais modernos não fazem uso de inúmeras e grandes linhas de gases por toda a extensão dos laboratórios, mas sim adquirem o cartucho de gás com intuito de reduzir custos e acidentes em função de possíveis explosões e/ou queimaduras dos analistas.

L – Cadinho de porcelana: usado para aquecimento a seco (calcinações) no bico de Bunsen e mufla; apresentam resistência quando submetido a elevadas temperaturas; podem ser aquecidos diretamente sobre a chama até o rubro; utilizado na calcinação de pequenas quantidades de substâncias ou materiais. Podem ser constituídos de níquel, ferro, platina, porcelana, entre outros, conforme a Figura 21.

Figura 21: Cadinhos de porcelana em diferentes volumes

Fonte: Acervo do autor (2024)

M – Funil de bromo ou de decantação: usados para separação de líquidos imiscíveis, conforme a imagem da Figura 22.

Figura 22: Funis de bromo em uso.

Fonte: Acervo do autor (2024).

N – Pinça de madeira: usada para segurar os tubos de ensaio durante aquecimentos diretos no bico de Bunsen, conforme Figura 23.

Figura 23: Exemplo de pinça de madeira

Fonte: Acervo do autor (2024).

O - Almofariz e pistilo: usado para triturar e pulverizar sólidos, conforme Figura 24.

Figura 24: Conjunto de almofariz e pistilo de diferentes tamanhos

Fonte: Acervo do autor (2023).

P - Vidro de relógio: usado para cobrir béqueres em evaporações, pesagens e outros diversos fins, conforme Figura 25.

Figura 25: Vidros de relógio de diferentes tamanhos

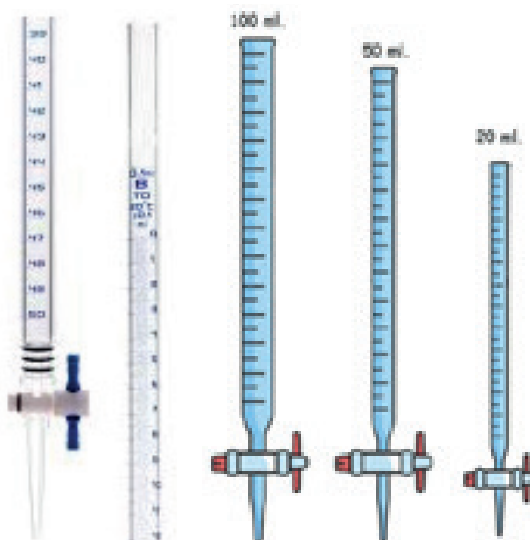
Fonte: Acervo do autor (2024).

Q - Dessecador: usado para resfriar substâncias em ausência de umidade, sendo um recipiente grande provido de tampa bem ajustada, destinado a manter atmosfera anidra. Para tal, o compartimento inferior é carregado com agente dessecante, como $CaCl_2$ anidro, H_2SO_4 concentrado, ou sílica-gel. Usado para secagem e proteção contra umidade de materiais higroscópicos; cadinhos são resfriados em seu interior, para posterior pesagem, conforme Figura 26

Figura 26: Modelo de um dessecador

Fonte: Acervo do autor (2024).

R – Bureta: usada para medidas precisas de líquidos e em análises volumétricas, com precisão na medida de volume (ex.: bureta de 50 mL permite leitura com erro absoluto de ± 0,05 mL). É provida de torneira que permite interromper o escoamento exatamente no instante desejado, sendo por isso especialmente indicada para uso nas titulações. Aqui também o tempo de escoamento é um fator de importância básica, conforme a Figura 27.

Figura 27: Buretas de diferentes volumes

Fonte: Acervo do autor (2024).

S - Kitassato e funil de Buchner: usados em conjunto para filtração à vácuo, conforme apresentado na Figura 28.

Figura 28: Conjunto de Kitassato e funil de Buchner

Fonte: Acervo do autor (2024).

T – Espátulas: Usadas para transferência de substâncias sólidas.

Figura 29: Exemplos de espátulas

Fonte: Acervo do autor (2024).

Observação: existem inúmeras outras vidrarias e materiais de laboratórios que não foram apresentados, visto que o objetivo de apresentar vidrarias e utensílios mais utilizados na análise clássica.

1.2 Limpeza de vidrarias de laboratório

A fim de se atingir uma eficiente limpeza de vidrarias, faz-se necessário conhecer as propriedades dos diferentes utensílios utilizados na rotina de um laboratório. Em geral, uma solução de detergente de 1-2% ou solução de etanolato de sódio/potássio. Além disso, em laboratório de análise com metais, faz-se necessário complementar a limpeza com o uso de uma solução de ácido nítrico a 10%v/v. Já o uso de etanolato deve ser considerado em situações que demandam pouco tempo de exposição, visto que seu uso pode atacar rapidamente materiais com precisão volumétrica. Por outro lado, soluções sulfucrômicas vem sendo abolidas em função da toxicidade e impacto ambiental do dicromato de potássio.

1.3 Armazenamento de reagentes

Em um laboratório de análise e/ou controle de qualidade existem uma grande variedade de reagentes químicos que devem ser armazenados em função do risco e da sua natureza reacional. Os reagentes podem ser encontrados, principalmente, nos estados sólidos e líquidos em diferentes recipientes (plástico, vidro) e formatos (caixas, garrafas, cilindros ou tambores). Além disso, podem ser categorizados em: explosivos, agentes oxidantes, corrosivos; gases comprimidos; produtos sensíveis à água e produtos incompatíveis.

As substâncias classificadas como explosivas, devem ser acondicionadas em locais que não possibilitem choques mecânicos, exposição a calor ou a explosão. Os espaços destinados a materiais desta natureza devem seguir rigorosos padrões de segurança e serem isolados de outros de outras áreas. Já as substâncias classificadas como oxidantes devem ser estocadas em locais com resistência ao fogo, temperatura ambiente e bem ventilada, longe de áreas de trabalho e com piso resistente ao fogo, sem rachaduras que possam reter algum material. Por outro lado, as substâncias corrosivas possuem a capacidade de corroer materiais de embalagem ou outros materiais, bem como interagir com a pele do corpo humano. Logo, tais substâncias devem ser estocadas em uma área fresca, com temperatura superior ao ponto de congelamento dos produtos químicos, ventilada e com ralos que possibilitem a remoção de qualquer vazamento. Substancias no estado gasoso são armazenados na forma comprimida, sendo classificados como gases liquefeitos e não liquefeitos em solução. Ambos apresentam um grande potencial de risco de explosão, em função da elevada pressão ao qual se encontram submetidos e a sua flamabilidade e toxicidade. Logo, os cilindros devem ser identificados e estocados em áreas bem ventiladas e na ausência de materiais inflamáveis. Além disso, os cilindros devem evitar o contato direto com o chão, exposição a inúmeras variações de temperatura e na posição vertical com intuito de evitar quedas.

1.4 Preparo de soluções expressa em diferentes unidades de concentração

Antes de iniciarmos a discussão em relação ao preparo de soluções, faz-se necessário apresentar definir algumas terminologias que serão encontradas em abundância ao longo do tópico, entre os quais:

- **Solução:** consiste em um sistema homogêneo constituído por pelo menos duas substâncias diferentes. Exemplos: solução de soro fisiológico (NaCl 0,9% m/m), solução alcoólica de 96º INPM, água sanitária a 1,5% v/v de NaClO, solução aquosa de KI a 2 mol/L entre outros.
- **Soluto:** substância presente em menor quantidade. Exemplos: solução de NaOH a 2,0 mol/L (existem 80 g de NaOH em 1000 g de H_2O), solução saturada de NaCl (36,5 g de NaCl para cada 100 g de H_2O), liga metálica de latão (de 55 a 95% de cobre misturado a 5 ou 45% de zinco) entre outros.
- **Solvente:** substância presente em maior quantidade. Exemplos: solução alcoólica de 96º INPM (a água é o soluto), água mineral engarrafada (os sais minerais são os solutos da solução) entre outros.

Após tais definições, podemos iniciar a apresentação e discussão das diferentes formas de concentração, a saber: concentração comum, molaridade, título, partes por milhão (ppm), partes por bilhão (ppb) etc.

1.4.1 Concentração comum (g/L)

Se constitui em uma das formas mais comuns para se expressar a concentração de uma solução, na qual o soluto é expresso em gramas (g) e o solvente em litros (L). Logo, as soluções expressas com este tipo de concentração são, majoritariamente, constituídas de sólidos dissolvidos em líquidos.

Exemplos:

1) Dissolveu-se 30 g de sacarose (342 g/mol) em 2000 mL de água. Qual a concentração da solução expressa em g/L?

Resolução: 1L = 1000 mL, logo 2000 mL equivale a 2 L

$$C = \frac{m1}{V} \longrightarrow C = 30/2 \longrightarrow \mathbf{C = 15g/L}$$

2) Uma solução de 35 g/L de $CuSO_4$ se encontra presente em 5 L de água. Qual a massa de $CuSO_4$ presente na água que resulta em tal concentração?

$$C = m_1/V \longrightarrow 35 = m_1/5 \longrightarrow m_1 = 35 \times 5 \longrightarrow \mathbf{m_1 = 175\ g\ de\ CuSO_4}$$

3) Em um hospital, uma técnica de enfermagem utilizou 750 mL de soro fisiológico para preparar uma medicação a 10 mg/L. Qual a massa do medicamento dissolvido no soro fisiológico?

Resolução: Observe que neste exemplo, o volume da solução foi dado em mL e precisa ser convertido para litros.

$C = m_1/V \longrightarrow 10 = m_1/0,75 \longrightarrow m_1 = 10 \times 0,75 \longrightarrow$ **$m_1 = 7,5$ g do medicamento**

1.4.2 Concentração molar ou molaridade

A **molaridade** é a forma mais usual de expressar a quantidade de matéria de uma substância em determinada **solução**. A concentração molar é calculada pela razão entre a quantidade de matéria (M), expressa em mol, e o volume da solução, normalmente dado em litros (L). Por isso, a concentração molar é expressa em unidade de mol/L. Se o número de mol (n) do soluto não for conhecido, é possível determiná-lo pela razão entre a massa (m) e a massa molar (MM) da substância. Logo, a molaridade pode ser expressa pela equação:

$M = n_1/V$ e se $n_1 = m/MM$, logo **$M = m/MMxV$**

M = molaridade (mol/L)
n_1 = número de mol do soluto
V = volume da solução (L)
m = massa do soluto (g)
MM = massa molar do soluto (g/mol)

Exemplos:

1) 30 g de $Al_2(SO_4)_3$ se encontram dissolvidos em 1000 mL de água. Qual a molaridade do sal? (Dados: MM do $Al_2(SO_4)_3$ = 342 g/mol).

Resolução: calcular o número de mol (n) do sal, logo:

1 mol de $Al_2(SO_4)_3$ ______ 342 g
x ________ 30 g
x = 0,088 mol de $Al_2(SO_4)_3$

A partir do número de mol determinado, calcula-se a molaridade do sal, a partir da fórmula principal.

$M = n_1/V \longrightarrow M = 0,088/1 \longrightarrow$ **$M = 0,088$ mol/L de $Al_2(SO_4)_3$**

2) Retirou-se uma alíquota de 10 mL de uma solução de NaOH a 2,0 mol/L. Determine a quantidade de matéria (n_1) presente na porção da solução.

Resolução: 2,0 mol/L de NaOH ____1000 mL

X_____10 mL

X = 0,02 mol/L de NaOH

3) Um analista pesou 12 g de $CuSO_4$ e dissolveu em 500 mL de água. Qual a molaridade da solução, expressa em mol/L?

Resolução: M = m/MMxV ⟶ **M =** 12/159,61x 0,5 ⟶ **M = 0,15 mol/L de $CuSO_4$**

1.4.3 Título (τ)

O Título ou porcentagem em massa é a relação (razão) entre a massa do soluto (m1) e a massa da solução (m). Ele não tem unidades e pode ser expresso também em porcentagem. Nesse caso é só multiplicar o resultado por 100%. A fórmula do título, pode ser expressa por:

τ = m1/m (m1 +m2)

Onde:

τ (tal) = expressa a concentração em título;

m_1 =massa do soluto;

m =massa da solução (soluto + solvente);

Exemplos:

1) Qual a massa de água existente em 600 g de uma solução aquosa de brometo de potássio ($KBrO_{3(aq)}$) com τ = 0,25?

Resolução:

25 g de $KBrO_3$ ______ 100 mL de solução

X __________________600 mL de solução

X = 150 g de $KBrO_3$

A massa de água (m_2) é obtida pela diferença entre a massa total (m) e a massa do soluto (m_1), logo:

$m = m_2 + m_1$ ⟶ $600 = m_2 + 150$ ⟶ **m_2 = 450 g de água**

2) (Puccamp-SP) Tem-se um frasco de soro glicosado a 5% (solução aquosa de 5% em massa de glicose). Para preparar 1 kg desse soro, quantos gramas de glicose devem ser dissolvidos em água?

Resolução:

5 g de glicose _____ 100 g de soro glicosado

X _____ 1000 g de soro glicosado

X = 50 g de glicose

3) (ENCE-UERJ-Cefet-UFRJ) para a prevenção de cáries, em substituição à aplicação local de flúor nos dentes, recomenda-se o consumo de "água fluoretada". Sabendo que a porcentagem, em massa, de fluoreto de sódio na água é de 2×10^{-4} %, um indivíduo que bebe 1 litro dessa água, diariamente, terá ingerido uma massa desse sal igual a: (densidade da água fluoretada: 1,0 g/mL).

Resolução: Se a densidade da água fluoretada é 1,0 g/mL, pode-se afirmar que em 1000 g o volume será de 1000 mL.

$2x10^{-4}$ g de NaF _____ 100 g de água

X_____ 1000 g de água

X= $2x10^{-3}$ g de NaF

partes por milhão (ppm), partes por bilhão (ppb) etc.

1.4.4 Partes por milhão (ppm) partes por bilhão (ppb)

Se constituem em formas particulares de expressar fração em massa e volume. Em geral, são bastante utilizadas para expressar concentrações de analitos com enorme capacidade de poluição, exames de sangue e de urina entre outros que demandam concentrações a níveis traços. O ppm representa uma parte de soluto por um milhão (10^6) de partes de solução e ppb representa uma parte de soluto por um bilião (10^{12}) de partes de solução. Entretanto, a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC) não aconselha o uso de tais unidades em função da ambiguidade existente entre os símbolos, na propriedade a que se refere a unidade (fração molar, massa ou volume) e a designação das diferentes ordens de grandeza que podem ser de um milhão entre EUA e no Reino Unido.

Exemplos:

1) A carência de iodo na alimentação e na água produz bócio. A legislação exige que cada quilograma de sal comercializado contenha 0,01 ppm de iodeto, I^-, geralmente na forma de NaI. Indique a concentração de iodeto de sódio, em g de NaI/tonelada de sal, que deve ser utilizada para que a quantidade de iodo no sal esteja de acordo com a legislação.
(Dadas as massas molares em g/mol: NaI = 150; Na = 23; I = 127).

Resolução: 0,01 g de I^- ______ 1.000.000 g de NaI
150 de NaI_____ 127 g de I^- **X= 0,012 g de NaI**
X_____ 0,01 g de I^-

2) (Unifesp) A contaminação de águas e solos por metais pesados tem recebido grande atenção dos ambientalistas, devido à toxicidade desses metais ao meio aquático, às plantas, aos animais e à vida humana. Dentre os metais pesados há o chumbo, que é um elemento relativamente abundante na crosta terrestre, tendo uma concentração ao redor de 20 ppm (partes por milhão). Uma amostra de 100 g da crosta terrestre contém um valor médio, em mg de chumbo, igual a:

Resolução: 20 mg de Pb^{2+} ______ 1000.000 mg de crosta terrestre
X______ 100.000 mg da crosta terrestre
X = 2 mg de Pb^{2+}

3) (PUCC-SP) No rótulo de uma garrafa de "água mineral" lê-se, entre outras coisas:
Conteúdo 1,5 L
Bicarbonato de cálcio: 20 ppm.
Com base nesses dados, determine a massa do bicarbonato de cálcio no conteúdo da garrafa. (Dado: ppm = mg de soluto/litro de solução aquosa).

Resolução:
20 mg de Bicarbonato ___________ 1 L
X ___________ 1,5 L
X = 30 mg = 0,03g de Bicarbonato

1.4.5 Preparo e padronização de soluções: conceito e importância

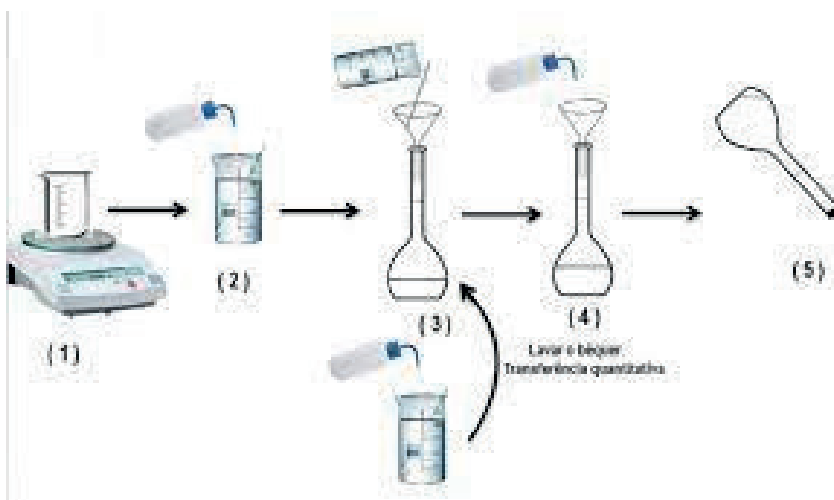
1.4.5.1 Procedimento de preparo de soluções sólidas

O preparo de soluções sólidas segue a seguinte sequência:

1. Pesar o soluto;
2. Dissolver o soluto em um béquer usando uma pequena quantidade de solvente;

3. Transferir quantitativamente para o balão volumétrico;
4. Completar o volume com o solvente;
5. Homogeneizar a solução;
6. Padronizar a solução, quando necessário;
7. Guardar as soluções em recipientes adequados e rotulados.

O procedimento pode ser representado pelo esquema da Figura 30:

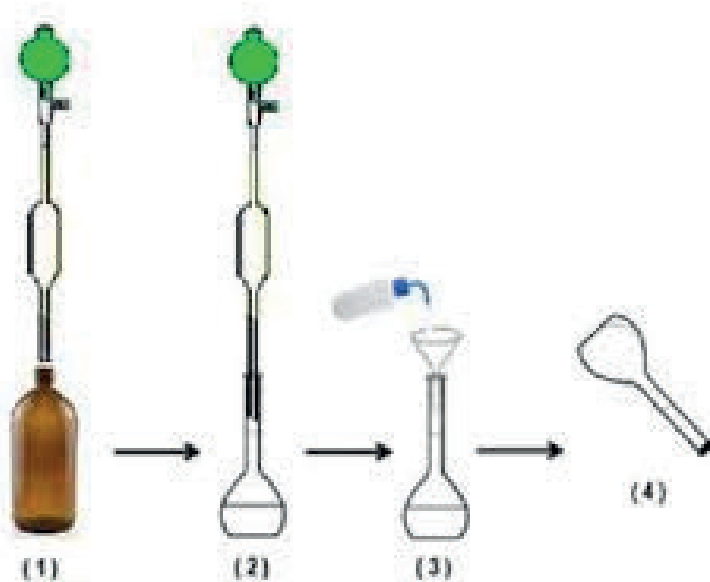
Figura 30: Esquema de preparo de uma solução, cujo o soluto é um sólido

Fonte: Acervo do autor (2024)

1.4.5.2 Procedimento de preparo de soluções líquidas

O preparo de soluções líquidas segue a seguinte sequência:

1. Medir o volume do soluto;
2. Transferir quantitativamente para o balão volumétrico;
3. Completar o volume com o solvente;
4. Homogeneizar a solução;
5. Padronizar a solução, quando necessário;
6. Guardar as soluções em recipientes adequados e rotulados.

O procedimento pode ser representado pelo esquema da Figura 31:

Figura 31: Esquema de preparo de uma solução, cujo o soluto é um líquido

Fonte: Acervo do autor (2024).

Observação: Todos os frascos reagentes devem ser rotulados com: nome e fórmula da substância, concentração, data e nome de quem preparou. Cuidado especial deve ser dado a compostos orgânicos, visto que estes apresentam isômeros (substâncias diferentes com a mesma fórmula molecular).

Na rotina de um laboratório é bastante comum o preparo de soluções diluídas, a partir de soluções concentradas de seus frascos originais. Exemplo: preparo de uma solução de H_2SO_4 a 1,0 mol/L a partir da solução estoque (18,0 mol/L). A fim de facilitar o preparo de soluções diluídas, utiliza-se a equação abaixo:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Onde:

C_1 = concentração inicial (solução da qual será retirada uma alíquota);

C_2 = concentração final (solução que se almeja obter);

V_1 = volume inicial (volume a ser retirado da solução estoque);

V_2 = volume final (volume que se pretende preparar de solução).

A fim de obter um preparo de solução a partir da diluição, faz-se necessário seguir a seguinte ordem:

1. Medir o volume da solução concentrada a ser diluída;
2. Transferir quantitativamente para o balão volumétrico;
3. Completar o volume com o solvente;
4. Homogeneizar a solução;
5. Padronizar a solução, se necessário;
6. Guardar as soluções em recipientes adequados e rotulados.

Exemplos:

1) (UFPI) Qual será o volume de água que deve ser acrescentado a 300ml de uma solução 1,5 mol/L de ácido clorídrico (HCl) para torná-la 0,3mol/L?

Resolução:

M_1 = 1,5 mol/L M_2 = 0,3 mol/L V_1 = 300 mL **$V_2 = V_1 + V_a = ?$**

$M_1xV_1 = M_2xV_2 \longrightarrow 1{,}5x0{,}3 = 0{,}3 \times (0{,}3 + V_a) \longrightarrow 0{,}45 = 0{,}09 + 0{,}3V_a \longrightarrow$
$0{,}36 = 0{,}3V_a \longrightarrow$ **$V_a = 1{,}2$ L**

2) (Fund. Oswaldo Cruz - SP) Que volume de água devemos adicionar a 10 mL de solução 2M para torná-la 0,25M?

Resolução:

M_1 = 2,0 mol/L V_1 = 10 mL M_2= 0,25 mol/L $V_2 = V_1 + V_a$

$M_1xV_1 = M_2xV_2 \longrightarrow 2{,}0 \times 0{,}01 = 0{,}25 \times (0{,}01 + V_a) \longrightarrow 0{,}02=0{,}0025+ 0{,}25Va \longrightarrow$
$0{,}0175 = 0{,}25V_a \longrightarrow$ **$V_a = 0{,}07$ L ou 70 mL**

3) (VUNESP) Na preparação de 750mL de solução aquosa de H_2SO_4 de concentração igual a 3,00 mol/L a partir de uma solução-estoque de concentração igual a 18,0 mol/L. Qual o volume necessário, expresso em mL, de H_2SO_4 a ser retirado da solução estoque?

Resolução:

$M_1xV_1 = M_2xV_2 \longrightarrow 18{,}0 \times V_1 = 3{,}0 \times 0{,}75 \longrightarrow 18\ V_1 = 2{,}25 \longrightarrow$ **$V_1 = 0{,}125$ L = 125 mL**

4) Qual a molaridade de uma solução que apresentava 400 mL de volume e, após receber 800 mL de solvente, teve sua molaridade diminuída para 5 mol/L?

Resolução:

$M_1 x V_1 = M_2 x V \longrightarrow M_1 x 400 = 5x1200 \longrightarrow M_1 = 6000/400 \longrightarrow \mathbf{M_1 = 15\ mol/L}$

1.5 Padronização de soluções líquidas

Inúmeras substâncias químicas apresentam redução em sua concentração inicial com o passar do tempo, sendo necessário estimar um fator de correção a ser aplicado como multiplicador da concentração teórica, à qual é denominado de **Padronização de Solução**, que consiste em um procedimento com o intuito de estimar a concentração exata da solução, a fim de se utilizar em análises volumétricas de aspecto quantitativo. Logo, a padronização consiste em uma titulação da solução preparada, em relação à um padrão primário ou secundário, com base nos volumes e na massa do padrão utilizado é possível calcular a verdadeira concentração molar da solução. Antes de iniciarmos a resolução de exercícios como exemplos, faz-se necessário definir os conceitos de padrão primário e secundário.

- **Padrão primário:** são substâncias de referência em relação à sua massa e pureza, devendo possuir as seguintes características: alta estabilidade física e química, alto peso molecular, alta solubilidade em água, reação estequiométrica e instantânea com solução. As substâncias mais empregadas como padrão primário são: carbonato de sódio (Na_2CO_3), tetraborato de sódio ($Na_2B_4O_7$), dicromato de sódio ($K_2Cr_2O_7$) e biftalato de potássio $KH(C_8H_4O_4$.
- **Padrão secundário:** são substâncias que podem ser padronizadas, cujo teor da substância ativa foi determinada por comparação contra u padrão primário.

Exemplos: ácido-base [HCl, H_2SO_4, NaOH e $Al(OH)_3$], precipitação ($AgNO_3$, NaCl, KCl, Ag^+), complexação (EDTA, Pb^{2+} e Cu^{2+}), oxirredução ($KMnO_4$, NaClO, I_2. H_2O_2).

Frente ao exposto, podemos iniciar a resolução de exercícios com o intuito de fixar o conteúdo apresentado.

Exemplos:

1) Para realizar a titulação de 20 mL de hidróxido de sódio (NaOH) de molaridade desconhecida, foram utilizados 50 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,2 molar. Qual a molaridade do hidróxido de sódio? Considere a equação devidamente balanceada

$\mathbf{2}NaOH + H_2SO_4 \longrightarrow Na_2SO_4 + 2H_2O$

$V_{NaOH} = 20\ mL$ $V_{H2SO4} = 50\ mL$ $M_{NaOH} = ?$ $M_{H2SO4} = 0,2\ mol/L$

1 – Calcular o número de mol de H_2SO_4:

$M = n_1/V \longrightarrow 0{,}2 = n_1/0{,}05 \longrightarrow$ **$n_1 = 0{,}01$ mol de H_2SO_4**

2 – Estimar o número de mol de NaOH pela estequiometria da equação:

2 mol de NaOH_________ 1 mol de H_2SO_4

X________ 0,01 mol de H_2SO_4

X= 0,02 mol de NaOH

3 – Calcular a molaridade do NaOH

0,02 mol de NaOH_____ 20 mL

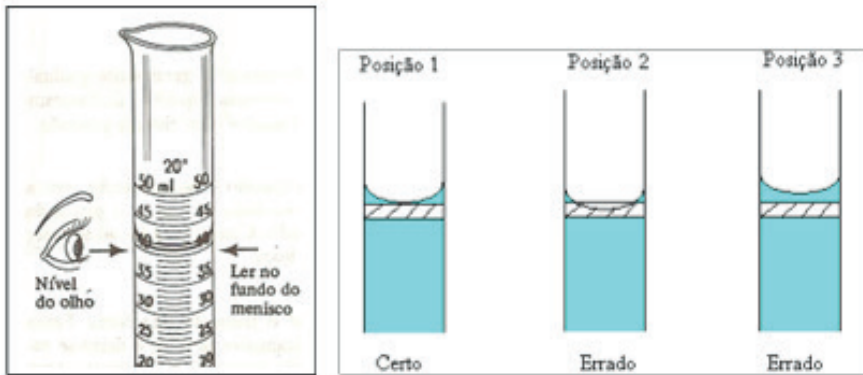
X_____ 1000 mL

X = 1,0 mol/L de NaOH

Observa-se que os cálculos envolvidos na padronização empregam todas as formas de resolução exemplificadas anteriormente.

1.6 Leitura de vidrarias de laboratório

Alguns equipamentos de laboratório apresentam precisão analítica, ou seja, o valor lido pelo equipamento é utilizado nos cálculos, com a finalidade de se obter resultados. Os equipamentos mais comuns são a bureta, pipeta volumétrica e balão volumétrico Todos os equipamentos de precisão analítica têm um traço de referência que indica onde o líquido deve estar ao encher o equipamento. Neste processo de leitura, existe um desvio criado pelo olho humano, em função do ângulo em se faz à leitura. Este desvio é conhecido como erro de Paralaxe. Para eliminar este erro devemos realizar a leitura de modo que os olhos estejam na mesma linha que a marca. Outro fato é de que os líquidos quando em frascos de diâmetro pequeno, normalmente, formam uma curvatura que é denomina de menisco. No uso de um equipamento de precisão analítica, deveremos ter o cuidado de deixar a parte inferior da curvatura tangenciando traço de referência, conforme pode-se observar pela Figura 32.

Figura 32: Erro de Paralaxe durante a leitura de volume em vidrarias volumétricas

Fonte: Acervo do autor (2024).

O próximo capítulo irá tratar dos principais métodos clássicos de análise, entre os quais: gravimetria e volumetria.

TÉCNICAS CLÁSSICAS DE ANÁLISE

1. MÉTODOS CLÁSSICOS DE ANÁLISE

Se constituem em métodos de análise que se fundamentam em produzir resultados usando quantidades determinadas experimentalmente, como massa ou volume juntamente com massas atômicas ou moleculares e reações bem definidas. Se dividem em dois grupos, a saber: os métodos gravimétricos e os volumétricos que serão apresentados e discutidos abaixo.

1.1 Métodos gravimétricos de análise

A gravimetria é um método analítico em que são utilizados somente medições de massa e informações sobre a estequiometria da reação para determinar a quantidade de um analito em uma amostra. O princípio da técnica é a pesagem de uma substância obtida pela precipitação de uma solução, resultando em um produto com elevado grau de pureza, composição química conhecida, insolúvel e facilmente filtrável. A análise gravimétrica possui suas vantagens e desvantagens, entre as quais:

- **Vantagens:** é um método preciso e exato quando se utiliza balanças analíticas adequadas; fácil identificação de erros, visto que os filtrados podem ser testados; as determinações utilizam aparelhagem barata e; constitui-se em um método absoluto (medida direta), sem necessidade de calibração.
- **Desvantagens:** tempo longo de análise, o que limita a aplicação a um número pequeno de amostras; demanda uma quantidade de amostra considerável, visto que o precipitado final ou o sólido a ser pesado deve ter massa superior a 0,10 g para gerar um erro relativo inferior a 0,20%.

Em termos de aplicação da Análise Gravimétrica, inúmeros cátions e **ânions** podem ser qualificados e quantificados na forma de precipitados, conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2: Exemplos de aplicações da Análise Gravimétrica tradicional

Analito	Agente precipitante	Precipitado e produto final pesado
Alumínio (Al^{3+})	8 – hidroxiquilonina (HC_9H_6ON)	$Al(C_9H_6ON)_3$
Bário (Ba^{2+})	Sulfato (SO_4^{2-})	$BaSO_4$
Cálcio (Ca^{2+})	Ácido oxálico ($H_2C_2O_4$)	$CaC_2O_4.H_2O \longrightarrow CaCO_3$ ou CaO
Cobalto ($Co^{2+} \longrightarrow Co^{3+}$)[b]	1-nitroso-2-naftol ($HC_{10}H_6O_2N$)	$Co(C_{10}H_6O_2N)_3 \longrightarrow CoSO_4$
Cobre ($Cu^{2+} \longrightarrow Cu^{+}$)[c]	Tiocianato (SCN^-)	CuSCN
Ferro (Fe^{3+})	Hidróxido (OH^-)	$Fe(OH)_3 \longrightarrow Fe_2O_3$
Chumbo (Pb^{2+})	Sulfato (SO_4^{2-})	$PbSO_4$
Níquel (Ni^{2+})	Dimetilglioxina ($HC_4H_7O_2N_2$)	$Ni(C_4H_7O_2N_2)_2$
Prata (Ag^+)	Cloreto (Cl^-)	AgCl
Estanho (Sn^{4+})	Cupferron [$NH_4C_6H_5O_2N_2$)	$Sn(C_6H_5O_2N_2)_4 \longrightarrow SnO_2$
Brometo (Br^-)	Prata (Ag^+)	AgBr
Cloreto (Cl^-)	Prata (Ag^+)	AgCl
Iodeto (I^-)	Prata (Ag^+)	AgI
Fosfato (PO_4^{3-})	Magnésio (Mg^{2+}) em $NH_{3(aq)}$	$Mg(NH_4)PO_4.6H_2O \longrightarrow Mg_2(P_2O_7)$
Sulfato (SO_4^{2-})	Bário (Ba^{2+})	$BaSO_4$
Tiocianato (SCN^-)	Cobre (Cu^+)	CuSCN

Fonte: Acervo do autor (2024).

A gravimetria clássica, pode ser dividida em precipitação e volatilização, que serão apresentadas e discutidas.

1.1.1 Gravimetria por precipitação

Consiste em um método quantitativo onde o analito é separado de uma solução da amostra com um precipitado e é convertido a uma espécie de composição química conhecida que pode ser pesada. Logo, o analito é convertido a um precipitado pouco solúvel que, posteriormente, será filtrado e lavado para a remoção de impurezas, seguido por conversão de um produto de composição conhecida por meio de um tratamento térmico adequado.

Entretanto, nem sempre o precipitado obtido está em uma forma adequada para a pesagem, entre os quais:

- O precipitado não possuir uma composição definida;
- O precipitado não suportar o processo de dessecação ou secagem por aquecimento.

EXEMPLOS

- **Determinação de Fe (III) em minérios:** Tratamento com NH_4OH
- **Determinação de Ca^{2+} em águas naturais:** Tratamento com $C_2O_4^{2-}$
- **Determinação de Ba^{2+}:** Tratamento com SO_4^{2-}
- **Determinação de Cl^- em água do mar:** Tratamento com $AgNO_3$

1.1.1.1 Agentes precipitantes

Um agente precipitante gravimétrico deve reagir especificamente, ou pelo menos seletivamente com o analito, podendo existir dois tipos de reagentes: os específicos e os seletivos. Os primeiros são raros e reagem apenas com uma única espécie química (Ex.: utilização de dimetilglioxina para Ni^{2+} em meio básico). Já os seletivos, são mais comuns e reagem com um número limitado de espécies (Ex.: $AgNO_3$ precipita em meio ácido cloreto, brometo, iodeto e tiocianato).

Entre as características dos agentes precipitantes, podemos citar:

- Facilmente filtrado e lavado para remoção de contaminantes (formar produto puro);
- De solubilidade suficientemente baixa para que não haja perda significativa do analito durante a filtração e a lavagem (precipitado obtido deve ser altamente insolúvel);
- Não-reativo com os constituintes da atmosfera;
- De composição química conhecida após sua secagem ou, se necessário, calcinação (estável, não higroscópico, não ser volátil);
- Reação completa nas condições de anális

1.1.1.2 Formas do precipitado

A formação dos precipitados é um processo cinético, e o controle da velocidade de formação e de outras condições, em certa extensão, permite conduzir a precipitação de maneira a separar a fase sólida desejada com as melhores características físicas possíveis.

O tamanho da partícula do precipitado é influenciado por variáveis experimentais como: solubilidade do precipitado, temperatura, concentrações dos reagentes e velocidade com que os reagentes são misturados (agitação).

Vários tipos de precipitados, que se distinguem, principalmente, quanto ao tamanho das partículas, podem ser obtidos na análise gravimétrica. O tamanho das partículas é uma característica muito importante, pois dele depende em grande parte, a qualidade do precipitado quanto a filtrabilidade.

1.1.1.3 Tipos de precipitados

- **Precipitados cristalinos:** são os mais favoráveis para fins da análise gravimétrica. As partículas do precipitado são cristais individuais bem desenvolvidos. Elas são densas e sedimentam rapidamente, são facilmente recolhidos por filtração e, em geral, não se deixam contaminar.
- **Finamente cristalinos (Precipitados pulverulentos):** constituem os agregados de finos cristais. São densos e sedimentam rapidamente. Às vezes, oferecem dificuldades à filtração, pois a presença de pequenos cristais obriga ao uso de filtros com poros pequenos e de filtração lenta.
- **Precipitados grumosos:** resultam da floculação de colóides hidrófobos. São bastante densos, pois eles arrastam pouca água.
- **Precipitados gelatinosos:** resultam da floculação de colóides hidrófilos. São volumosos, tem a consistência de flocos e arrastam quantidades consideráveis de água. Oferecem dificuldades à filtração e lavagem.

1.1.1.4 Contaminação dos precipitados

O precipitado ao se formar pode arrastar da solução outros constituintes que são normalmente solúveis e que são removidos por simples lavagem do precipitado. As impurezas que acompanham o precipitado constituem a maior fonte de erros na análise gravimétrica e podem ser incorporadas ao precipitado por co-precipitação ou pela pós-precipitação.

- **Co-precipitação:** processo pelo quais substâncias solúveis se incorporam aos precipitados durante sua formação, podendo ser de dois tipos: Co-precipitação por adsorção superficial e por oclusão.

Exemplos de aplicação da gravimetria de precipitação

1) O cálcio presente em uma amostra de 200,0 mL de água natural foi determinado pela precipitação do cátion como CaC_2O_4. O precipitado foi filtrado, lavado e calcinado em um cadinho comum a massa de 26,6002g quando vazio. A massa do cadinho mais CaO (56,077gmo/L) foi de 26,7134g. Calcule a concentração de CL (40,078gmo1/L) em água em unidades de gramas por 100 mL de água.

Resolução:

mCaO=26,7134-26,6002 = 0,1132g

nCa=nCaO=2,0186mmol

[Ca]= (2,0186 x 40,078)/ 200,0 = **0,4045g/L** ou 0,04045g/100Ml

1. 2 Métodos volumétricos de análise

1.2.1 Indicadores ácido-base

Inúmeras substâncias, naturais ou sintéticas, apresentam variação de cores em decorrência da mudança do pH do meio, sendo utilizadas para indicar o ponto final de titulações ácido-base. Os indicadores são substâncias de natureza orgânica que por dissociação ou associação, sofrem mudanças estruturais, levando a cores distintas. A equação geral de um indicador ácido-base, pode ser representada pela equação abaixo.

$$\underset{\text{cor ácida}}{HInd} + H_2O \rightleftharpoons \underset{\text{cor básica}}{Ind^-} + H_3O^+ \qquad K_a = [Ind^-][H_3O^+]/[HInd]$$

$$\underset{\text{cor básica}}{Ind} + H_2O \rightleftharpoons \underset{\text{cor ácida}}{IndH^+} + OH^- \qquad K_b = [IndH^+][OH^-]/[Ind]$$

O olho humano é sensível a diferenças de cor em soluções contendo uma mistura das formas **HInd** e **Ind^-** somente quando a ração **$[Ind^-]/[HInd]$** é maior que 10 ou menor que 0,10.

Indicador exibe **cor ácida pura** quando **$[Ind^-]/[HInd] \leq 1/10$** ou básica pura quando **$[Ind^-]/[HInd] \leq 10/1$**, o que nos remete a equação geral:

$$[Ind^-]/[HInd] = K_a/[H_3O^+]$$

Portanto, um indicador típico com constante de dissociação 1 x 10^{-5} (pK_a = 5) exibe uma mudança completa de cor, quando o pH da solução em que está dissolvido varia de 4 a 6. Logo, a relação entre pH e pK_a é definida pela equação abaixo.

$$pH = pK_a \pm 1$$

Atualmente, existe uma grande diversidade de indicadores ácido-base, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3: Principais indicadores ácido-base

Nome	Intervalo de transição	pK_a*	Cor	Tipo de indicador
Azul de Timol	1,2 – 2,8	1,65	Vermelho-Amarelo	Ácido
	8,9 – 9,6	8,90	Amarelo-Azul	Básico
Amarelo de Metila	2,9 – 4,0		Vermelho-Amarelo	Básico
Alaranjado de Metila	3,1-4,4	3,46	Vermelho-Laranja	Básico
Verde de Bromocresol	3,8 -5,4	4,66	Amarelo-Azul	Ácido
Vermelho de Metila	4,2 – 6,3	5,00	Vermelho-Amarelo	Básico
Púrpura de Bromocresol	5,2 – 6,8	6,12	Amarelo-Roxo	Ácido
Azul de Bromotimol	6,2 - 7,6	7,10	Amarelo-Azul	Ácido
Vermelho Fenol	6,8 - 8,4	7,81	Amarelo-Vermelho	Ácido
Púrpura de Cresol	7,6 – 9,2		Amarelo-Roxo	Ácido
Fenolftaleína	8,3-10,0		Incolor-Vermelho	Ácido
Timolftaleína	9,3-10,5		Incolor-Azul	Ácido
Amarelo de Alizarina GG	10-12		Incolor-Amarelo	Básico

Fonte: Acervo do autor (2024).

Os inúmeros indicadores possuem estruturas químicas que se diferenciam em função do pH do meio, conforme Figuras 33 e 34 abaixo.

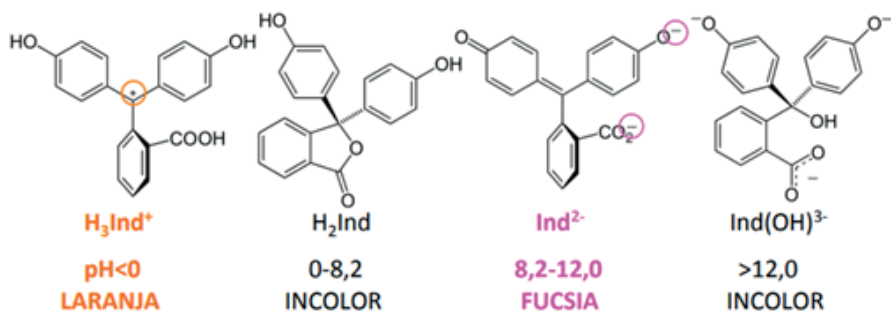
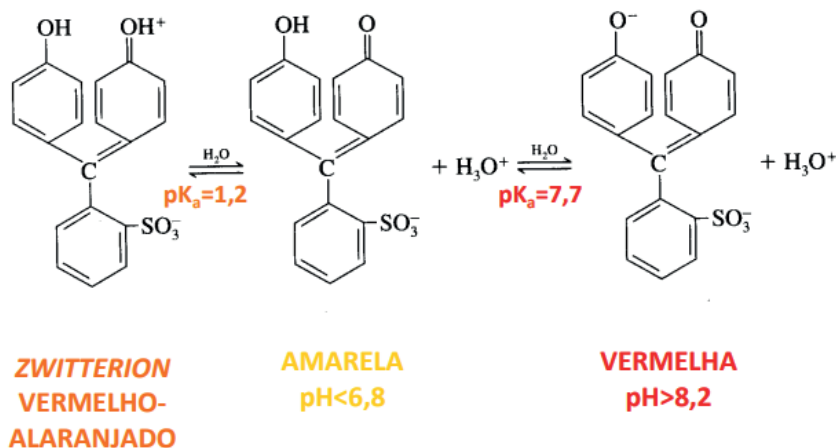
Figura 33: Estrutura da Fenolftaleína em diferentes pHs

Fonte: Acervo do autor (2024).

Figura 34: Estrutura do Vermelho de Fenol em diferentes pHs

Fonte: Acervo do autor (2024).

Entretanto, o uso de indicadores ácido-base sem o conhecimento prévio do pH do ponto de equivalência, poderá gerar dois tipos de erros: **o sistemático**, na qual a viragem do indicador difere do pH do ponto de equivalência e o aleatório: que está relacionado a limitação visual do analista de distinguir de forma reprodutível a cor do indicador. Além disso, existem variáveis que podem influenciar no comportamento do indicador ácido-base, entre os quais: a temperatura, força iônica do meio, presença de solventes orgânicos e partículas coloidais. Sendo que os dois últimos, podem ocasionar um deslocamento de uma ou mais unidades de pH no intervalo de viragem.

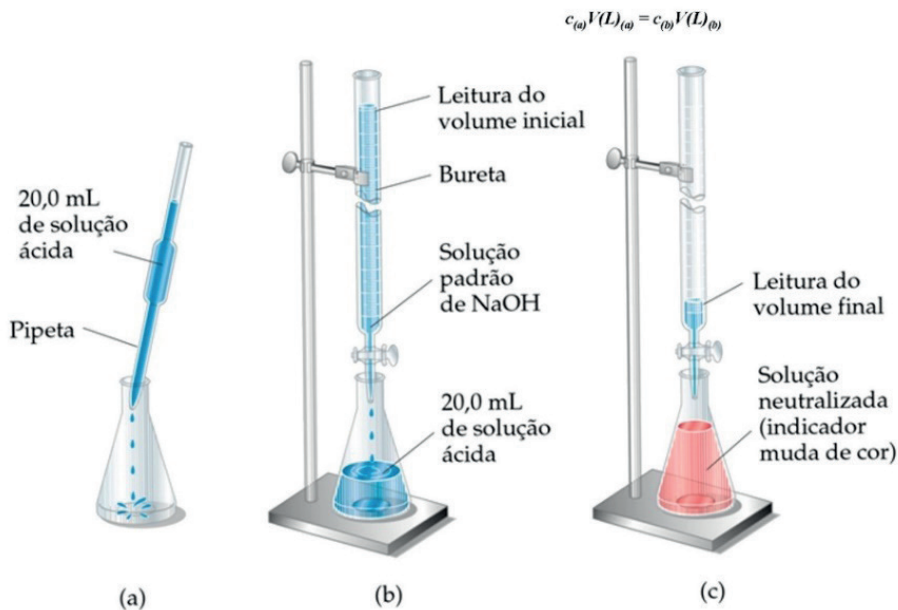
Os indicadores não são escolhidos aleatoriamente para uso, dependendo de inúmeros fatores que precisam ser analisados frente a literatura mais recente. Neste componente curricular não será abordado tais aspectos, visto que o mesmo demanda conhecimento prévio que não são objeto de estudo do presente componente curricular.

1.2.2 Volumetria de neutralização

A volumetria de neutralização ou ácido-base se constitui em um conjunto de procedimentos quantitativos que podem ser utilizados na determinação da concentração de uma determinada espécie química contida em uma amostra, por meio da adição de volumes discretos e precisos de uma solução de concentração exatamente conhecida, que deve reagir rápida e quantitativamente com a espécie de interesse existente na solução investigada, comumente denominado de analito. Logo, a volumetria de neutralização se baseia na reação entre os íons H_3O^+ e OH^- resultando em H_2O (água) cuja a extensão da reação é governada pelo produto iônico da água: $K_{H2O} = [H_3O^+].[OH^-]$. A princípio, poderia se pensar que a reação entre um ácido e uma base poderia resultar em uma solução neutra.

Entretanto, isto pode não ocorrer em função do fenômeno de hidrólise e de tamponamento que acompanham as reações entre ácidos forte/bases fracas ou ácidos fracos/bases fortes. Além disso, o efeito tamponante pode prejudicar a ação dos indicadores e dificultar a visualização do ponto final do processo. Logo, a utilização da volumetria de neutralização necessita de um bom conhecimento em relação as características e comportamentos dos sistemas ácido-base em solução aquosa envolvidos no procedimento analítico a ser realizado.

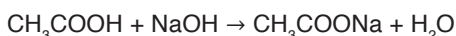
Frente ao exposto, faz-se necessário definir e conceituar alguns termos que serão utilizados ao longo de todos os tipos de titulações que será abordado no presente capítulo. Em uma análise volumétrica, quantidade do constituinte de interesse, chamado de **titulado**, é determinado por meio de uma reação química entre esta espécie com outra substância em solução, de concentração exatamente conhecida, chamada de **titulante** que se constitui em uma solução padrão ou padrão secundário com características bem definidas, conforme abordado no capítulo 3 deste material. No entanto, os titulantes ácidos ou bases mais comumente utilizados em volumetria de neutralização, não são padrões primários e precisam ser padronizados previamente a fim de serem utilizados em uma análise quantitativa, conforme esquema representado na Figura 35 abaixo.

Figura 35: Esquema de representação de uma volumetria de neutralização.

Fonte: Acervo do autor (2024).

Na prática, o biftalato de potássio é o mais utilizado para padronizar bases (ex.:NaOH) e o carbonato de sódio para padronizar ácidos (ex.: HCl). Em ambos os casos, a solução padronizada passa a ser um padrão secundário.

A fim de possibilitar uma maior compreensão em relação ao tema em estudo, faz- se necessário resolver alguns exercícios com o intuito de fixar o conteúdo, conforme apresentado abaixo.

1) Para sua completa neutralização, uma amostra de vinagre de 5,0 mL consumiu 25 mL de uma solução que contém 0,20 mol/L de hidróxido de sódio. Supondo que o único componente ácido do vinagre seja o ácido acético (CH_3COOH), calcule a massa, em gramas, do ácido contida em 1 L de vinagre.

$$CH_3COOH + NaOH \rightarrow CH_3COONa + H_2O$$

Resolução:

I) Ao verificar a equação, percebe-se que a mesma se encontra devidamente balanceada. Logo, pode-se iniciar os cálculos devidos.

II) Calcular a quantidade de mol de NaOH gasto.

0,20 mol de NaOH_______________ 1000 mL

X________________ 25 mL

X = 0,005 mol de NaOH

III) Se a relação estequiométrica de HAc:NaOH é 1:1, logo HAc também é 0,005 mol.

IV) Calcular a massa de HAc no vinagre.

0,005 mol de HAc______________ 5,0 mL **1 mol de HAc_____60 g**

X ______________ 1000 mL

X = 1mol/L de HAc

2) Um estudante verifica que 20 mL de hidróxido de potássio (KOH) 0,3 molar são necessários para neutralizar uma amostra de 30 mL de ácido clorídrico (HCl). Determine a molaridade do HCl.

Resolução:

I) Escrever e balancear a equação química

$KOH_{(aq)} + HCl_{(aq)}$ $KCl_{(aq)} + H_2O_{(l)}$

II) Determinar a quantidade de matéria (mol) gasta na titulação.

0,3 mol de KOH ____________ 1000 mL

X_____________ 20 mL

X = 0,006 mol de KOH

III) Se a relação estequiométrica de HCl:KOH é 1:1, logo HCl também é 0,006 mol.

IV) Determinar a molaridade do HCl

0,006 mol de HCl _____________ 30 mL

X____________ 1000 mL

X = 0,2 mol/L de HCl

3) O rótulo de um produto de limpeza diz que a concentração de amônia (NH_3) é de 9,5 g/L. Com o intuito de verificar se a concentração de amônia corresponde à indicada no rótulo, 5 mL desse produto foram titulados com ácido clorídrico (HCl) de concentração 0,1 mol/L. Para consumir toda a amônia dessa amostra, foram gastos 25 mL do HCl. Qual a concentração, em g/L, e a molaridade, mol/L, da solução de NH_3.

$$NH_{3(aq)} + HCl_{(aq)} \rightarrow NH_4Cl_{(aq)}$$

Resolução:

I) Ao analisar a equação, percebe-se que a mesma se encontra devidamente balanceada.

II) Calcular a quantidade de matéria (mol) de HCl.gasto na titulação.

0,1 mol de HCl ______ 1000 mL

X _____ 25 mL

X = 0,0025 mol de HCl

III) Se a relação estequiométrica de NH_3:HCl é 1:1, logo o número de mol do NH_3 será também é 0,0025 mol.

IV) Determinar a molaridade (mol/L) e a concentração (g/L) de NH_3 no produto de limpeza

0,0025 mol de NH_3 _______ 5 mL

X _______ 1000 mL

X = 0,5 mol/L de NH_3

1 mol de NH_3 _____ 17g

0,5 mol de NH_3 ____ X

X = 8,5 g/L de NH_3

Logo, pode-se concluir que a resolução de exercícios sobre volumetria de neutralização envolve uma sequência de etapas que se forem seguidas chegarão ao resultado solicitado. Entretanto, existem outros tipos de análises volumétricas que serão abordados nesta obra, tal como a volumetria de oxidorredução que será apresentado a seguir.

1.2.3 Volumetria de oxidorredução

A volumetria ou titulação de oxirredução consiste em técnicas de análise volumétrica que utilizam uma variedade de substâncias orgânicas e inorgânicas com maior aplicabilidade em relação a volumetria ácido-base, sendo que as primeiras possuem maior disponibilidade de muitos titulantes e padrões com propriedades que os tornam especialmente adequados para uma aplicação. Entretanto, as reações de oxidação-redução possuem algumas

limitações (reações em múltiplas etapas, reações entre os intermediários, baixa velocidade das reações e indicadores sensíveis a mudanças no potencial da solução de titulação) que necessitam ser auxiliadas por aquecimento e adição de catalisadores. Diante disso, as curvas de titulação de oxirredução são traçadas colocando o potencial do sistema *versus* o volume da solução titulante em cada ponto da titulação, sendo que a posição, o desenvolvimento e a forma das curvas de titulação de oxirredução estão relacionados com as características das reações envolvidas. Logo, estas reações podem ser classificadas em dois grupos: as baseadas em reações sem a participação de íons H^+ ou OH^- e as que possuem estes íons.

As que não envolvem a participação dos íons H+ ou OH- podem ser exemplificadas pelas equações de (a) até (f) abaixo.

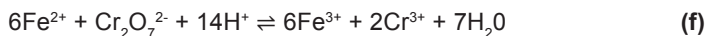
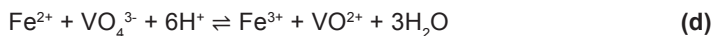
$Fe^{2+} + Ce^{4+} \rightleftharpoons Fe^{3+} + Ce^{3+}$ **(a)**

$Sn^{2+} + 2Fe^{3+} \rightleftharpoons Sn^{4+} + 2Fe^{3}$ **(b)**

$2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightleftharpoons S_4O_6^{2-} + 2I^-$ **(c)**

$Fe^{2+} + VO_4^{3-} + 6H^+ \rightleftharpoons Fe^{3+} + VO^{2+} + 3H_2O$ **(d)**

$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightleftharpoons 5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O$ **(e)**

$6Fe^{2+} + Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ \rightleftharpoons 6Fe^{3+} + 2Cr^{3+} + 7H_20$ **(f)**

As principais características destas reações são: ***i)*** reações do tipo (a) e (d) apresentam uma relação equimolecular entre reagente e produto tanto na semirreação de oxidação quanto na de redução e o mesmo vale para as espécies oxidantes e redutoras; ***ii)*** reações do tipo (b) e (e) apresenta uma relação equimolecular para ambas as semirreações, mas o mesmo não se aplica as espécies oxidantes e redutores; ***iii)*** reações do tipo (c) e (f) se caracterizam por não possuírem nenhuma relação equimolecular;

Entre os inúmeros métodos de titulação redox, podemos destacar: permanganometria, dicromatometria e iodometria/iodimetria serão apresentados e discutidos.

1.2.3.1 Permanganometria

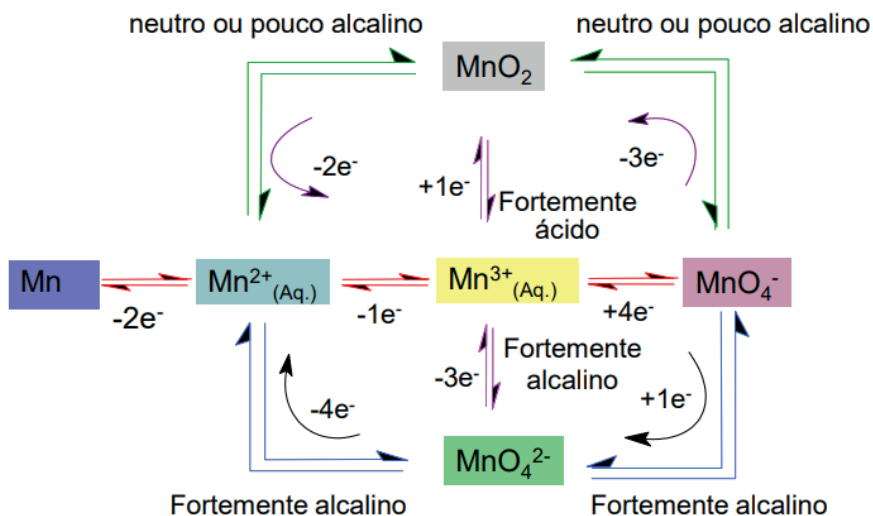
Conjunto de técnicas titulométricas empregando o ânion permanganato (MnO_4^-) como agente oxidante, tendo como reação fundamental, três processos REDOX clássicos:

Tabela 4: Semirreações do ânion permanganato

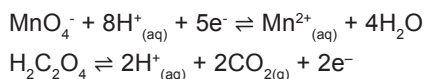
Semirreação	Meio iônico Condicionante	Potencial Padrão (V)
$MnO_4- + 8H^+_{(aq)} + 5e- \rightleftharpoons Mn^{2+}_{(aq)} + 4H_2O$	Fortemente ácido	1,51
$MnO_4^- + 2H_2O + 3e- \rightleftharpoons MnO_2^+ + 4OH^-$	Neutro ou ligeiramente alcalino	1,68
$MnO_4^- + e^- \rightleftharpoons MnO_4^{2-}{}_{(aq)}$	Fortemente alcalino	0,56

Fonte: Acervo do autor (2024).

Essa diversidade de comportamento REDOX, dependente do meio iônico pode ser explicada por meio do diagrama a seguir:

Figura 36: Diagrama Redox do permanganato

Fonte: Acervo do autor (2024).

As soluções de permanganato empregadas para dosagem oxidimétrica, devem ser padronizadas. O agente redutor mais empregado como padrão primário permanganométrico é o oxalato de sódio ($Na_2C_2O_4$):

$$MnO_4^- + 8H^+_{(aq)} + 5e^- \rightleftharpoons Mn^{2+}_{(aq)} + 4H_2O$$
$$H_2C_2O_4 \rightleftharpoons 2H^+_{(aq)} + 2CO_{2(g)} + 2e^-$$

A titulação de padronização do permanganato deve ser conduzida sob ação da temperatura, aquecendo-se o agente redutor e o meio ácido, mas sem deixar acumular o oxidante. Um aspecto muito importante, considerando-se soluções de permanganato em meio ácido, é sobre a estabilidade deste íon, que tende a oxidar a água. Esta reação, embora viável energeticamente, é lenta em condições normais, sendo catalisada pela luz, presença de Mn^{2+} e MnO_2. O MnO_2 aparece em soluções recém preparadas, devido à presença de compostos orgânicos na água. Uma alternativa muito boa é filtrar a solução para eliminar o MnO_2, o que assegura maior estabilidade, mantendo-se a solução em frasco protegido da luz. Obviamente, não se pode empregar papel de filtro na filtração do permanganato. A solução assim armazenada, cuidadosamente, sem sólidos, deve ser retitulada periodicamente, a cada 7 dias, no máximo.

A detecção do ponto final em titulações permanganométricas é feita por meio do próprio agente oxidante, intensamente colorido de púrpura. Cerca de 0,01 a 0,02 mL de solução 0,0200 mol/L de $KMnO_4$, dissolvidos em 100,0 mL de solução ácida, dá uma cor perceptível o suficiente para indicar o ponto final da grande maioria das titulações empregando permanganato. É, portanto, um reagente auto-indicativo do ponto final, sendo desnecessário na maioria das vezes, empregar indicadores. Outra coisa importante é a necessidade de se empregar um teste “em branco”. A exatidão do ponto final depende muito do “branco”, em que se corrige eventuais falhas de percepção do ponto final.

Há um outro aspecto ligado ao ponto final, ligado ao fato de ele não se estabelecer de modo “permanente”. No ponto final, existe uma elevada concentração de íons Mn2+. Este excesso de íons Mn^{2+} pode provocar a seguinte reação: Termodinamicamente esta é uma reação viável. A Constante de Equilíbrio mostra um valor de 1047. Este elevado valor evidencia que poderá ser muito pequena a concentração de permanganato, no ponto final. Felizmente, o que se observa, é uma queda na visualização do ponto final (desaparecimento da cor do íon MnO_4^-, gradualmente), apenas 30 segundos após se atingir o ponto final.

Em termos de aplicação, a permanganometria pode ser usada para a determinação de ferro, análise de peróxido de hidrogênio, determinação de nitritos e determinação de matéria orgânica através do consumo de oxigênio. Com o intuito de melhor compreender o método volumétrico, iremos resolver um exercício de aplicação.

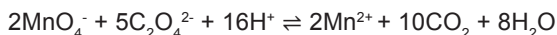
a) Exemplo de aplicação

Uma solução de permanganato de potássio foi padronizada com 143,2 mg de oxalato de sódio, após dissolução em ácido sulfúrico a quente. Na titulação foram consumidos 26,75 mL do titulante para atingir o ponto final da titulação (surgimento da primeira coloração rosa persistente). Determine a concentração da solução titulada, em mol/L e em g/L.

Dados:

MM (g/mol): H = 1,00794; C = 12,0107; O = 15,9994; Na = 22,989770; S = 32,066; K = 39,0983; Mn = 54,938049; $Na_2C_2O_4$ = 133,99854 e $KMnO_4$ = 158,033949

Reação da titulação:

$$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightleftharpoons 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$$

Primeiro passo: verificar se a equação se encontra devidamente balanceada, tanto em termos de número de átomos, quanto em cargas elétricas. A mesma já se encontra balanceada.

Segundo passo: determinar o número de mol utilizado na titulação pelo oxalato.

1 mol de $Na_2C_2O_4$______________ 133,999 g

X ______________ 0,1432 g

X = 0,0011 mol de $Na_2C_2O_4$

Terceiro passo: pela proporção estequiométrica entre o titulante e o titulado, determinar o número de mol do titulante.

a) 2 mol de MnO_4^-____ 5 mol de $C_2O_4^{2-}$

X____ 0,0011 mol de $C_2O_4^{2-}$

X = 0,00044 mol de MnO_4^-

b) 0,00044 mol de MnO_4^-___ 26,75 mL

X ___ 1000 mL

X = 0,0165 mol/L de MnO_4^-

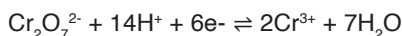
c) 1 mol de MnO_4^- _____ 158,034 g

0,0165 mol/L de MnO_4^- _____ X

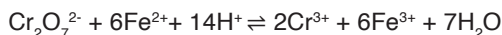
X = 2,599 g/L de MnO_4^-

1.2.3.2 Dicromatometria

Consiste em uma técnica de titulação que emprega o ânion dicromato ($Cr_2O_7^{2-}$) como agente oxidante, sendo que este reagente possui características especiais em oxidimetria REDOX, no qual seu poder oxidante é dependente da acidez do meio reacional, bem como diferentes espécies com estado de oxidação +6 do crômio podendo existir em equilíbrio, desde que se condicione o meio a um determinado valor de concentração hidrogeniônica adequado para se processar uma reação REDOX. A equação abaixo simplifica a reação de dicromatometria.

$$Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ + 6e^- \rightleftharpoons 2Cr^{3+} + 7H_2O$$

Em termos de vantagens, a dicromatometria possibilita: ***i)*** o uso de um padrão primário; ***ii)*** solução estável indefinidamente, quando convenientemente conservada; ***iii)*** As titulações podem ser realizadas sem a presença de ácidos (HCl, H_2SO_4, $HClO_4$). Entre as desvantagens se encontram: ***i)*** é um oxidante não tão forte quanto o $KMnO_4$; ***ii)*** aplicação mais limitada do que a permanganometria. Em termos de aplicação pode-se citar a determinação de ferro em minérios ou outras amostras, dissolvidas em HCl.

a) Exemplo de aplicação: A dicromatometria é um método clássico de titulação que pode ser aplicada para determinar o teor de ferro em minério de ferro. Nesse processo, a reação de titulação será:

$$Cr_2O_7^{2-} + 6Fe^{2+} + 14H^+ \rightleftharpoons 2Cr^{3+} + 6Fe^{3+} + 7H_2O$$

Considere que, em um experimento laboratorial, 0,2 g do minério de ferro foi devidamente solubilizada e reagiu quantitativamente com 10 mL de dicromato 0,02 mol/L. Ao fim do experimento, qual é o valor mais próximo do percentual em massa de ferro (II) no minério de ferro?

Primeiro passo: verificar se a equação se encontra devidamente balanceada. Observa-se que a mesma se encontra balanceada tanto em termos de átomos, quanto de carga total.

Segundo passo: calcular a quantidade de mol do reagente com concentração conhecida.

0,02 mol de $Cr_2O_7^{2-}$_______ 1000 mL

X_______10 mL

X= 0,0002 mol de $Cr_2O_7^{2}$

Terceiro passo: correlacionar a quantidade de matéria (mol) entre o reagente titulado e o titulante, tem-se:

1 mol de $Cr_2O_7^{2-}$ _______6 mol de Fe^{2+}

0,0002 mol de $Cr_2O_7^{2-}$_______ X

X = 0,0012 mol de Fe^{2+}

Quarto passo: correlacionar a massa do minério com o teor de ferro na amostra.

1 mol de Fe^{2+}________ 56 g

0,0012 mol de Fe^{2+} ________ X

X = 0,0672 g de Fe^{2+}

0,0672 g de Fe^{2+}______ 0,2 g de minério

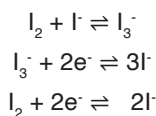
______ 100 g de minério

X = 33,6% m/m de Fe^{2+}

1.2.3.3 Iodometria e iodimetria

Entende-se por iodimetria o conjunto de técnicas titulométricas empregando o iodo como agente oxidante em titulações diretas. Já a iodometria é o conjunto de técnicas titulométricas empregando outras espécies como agentes oxidantes, adicionadas em excesso e que pela adição do NaI (Iodeto de sódio), o iodo gerado é titulado no retorno como agente redutor tiossulfato de sódio. A diferença marcante entre as técnicas é que a primeira é utilizada para quantificar os agentes redutores, enquanto a segunda os agentes oxidantes.

O iodo é um agente oxidante moderado, sendo empregado em meio aquoso como íons triiodeto ou I_3^-, a forma mais solúvel do oxidante.

$$I_2 + I^- \rightleftharpoons I_3^-$$
$$I_3^- + 2e^- \rightleftharpoons 3I^-$$
$$I_2 + 2e^- \rightleftharpoons 2I^-$$

O indicador de ponto final utilizado é uma solução de amido, que forma um complexo insolúvel azul com o iodo e apresenta as seguintes vantagens: baixo custo, pouco solúvel a frio, hidrólise em meio ácido e adsorve fortemente o iodo.

Em termos de aplicações, a iodometria é bastante restrita, sendo aplicada na determinação de Vitamina C em frutas cítricas e comprimidos efervescentes.

Em relação aos métodos volumétricos existe uma diversidade de outros métodos que não serão apresentados neste componente curricular, mas podem ser pesquisados em publicações periódicas, materiais didáticos e vídeos disponíveis no youtube de forma gratuita.O próximo capítulo se dedicará a explorar os diferentes conhecimentos e técnicas utilizadas para realizar a separação de inúmeros cátions e ânions utilizando os inúmeros métodos clássicos apresentados anteriormente.

ANÁLISE QUALITATIVA DO PROCESSO

1. INTRODUÇÃO

A química analítica qualitativa trabalha com a identificação de substâncias por meio de técnicas que utilizam observações do seu comportamento quando misturadas a outras substâncias que podem formar precipitados, como as reações de precipitação, mudando de cor devido à formação de outras substâncias características. Tais técnicas são utilizadas de forma esporádica e possuem baixo custo em relação as vidrarias e equipamentos necessários para as macroanálises.

Neste capítulo estudaremos as diferentes técnicas para se separar e isolar tanto cátions, quanto ânions de interesse analítico em amostras solúveis em água.

1.1 Cátions do Grupo I, II e III

Os cátions destes grupos são provenientes tanto de elementos das famílias representativas, quanto de transição e possuem reatividade seletiva com determinados tipos de reagente. Em função disso, são enquadrados em grupos com reatividade semelhante a um determinado reagente, conforme apresentado na Tabela 5:

Tabela 5: Conjunto de cátions do Grupo I, II e III

Grupo	Cátion	Reage com:	Formando os precipitados
I	Ag^{+}, Pb^{2+} e Hg_2^{2+}	HCl	AgCl e $PbCl_2$ e Hg_2Cl_2
II	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Bi^{3+}, As^{3+}, Sb^{3+} e Sn^{2+}	H_2S em meio ácido	HgS, CuS, CdS, Bi_2S_3, As_2S_3, Sb_2S_3 e SnS
III	Al^{3+}, Cr^{3+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+} e Ni^{2+}	H_2S (tiocetamida) em meio alcalino na presença do tampão NH_3/NH_4Cl	Al_2S_3, Cr_2S_3, ZnS, MnS, Fe_2S_3, CoS e NiS

Fonte: Adaptado de Vogel (1981).

Entretanto, se faz necessário entender não só a separação dos cátions em grupos, mas também como separá-los dentro do mesmo grupo. Todos os cátions do grupo I são solúveis na presença do ânion nitrato, mas precipitam na presença do ácido clorídrico formando cloretos insolúveis, sendo que a reação é facilmente visualizada em função de se formar um precipitado branco que se decanta ao fundo do frasco da solução. Entretanto, se faz necessário entender as etapas necessárias, a fim de se separar os cátions do grupo I.

1.1.1 Reações do Grupo I

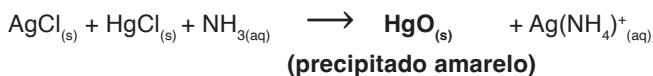
A identificação do cloreto de chumbo, aquece-se o precipitado para dissolver o $PbCl_2$ e adiciona-se cromato de potássio (K_2CrO_4) que reage formando precipitado amarelo ($PbCrO_4$), conforme a reação apresentada.

$$K_2CrO_{4(aq)} + PbCl_{2(aq)} \longrightarrow \mathbf{PbCrO_{4(s)}} + KCl_{(aq)}$$

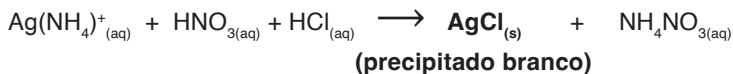
(precipitado amarelo)

Já a identificação de Ag^+ e Hg^+ é realizado mediante adição de amônia (NH_3), que resulta na formação de um sólido negro e a solubilização do cátion Ag+, conforme as equações abaixo.

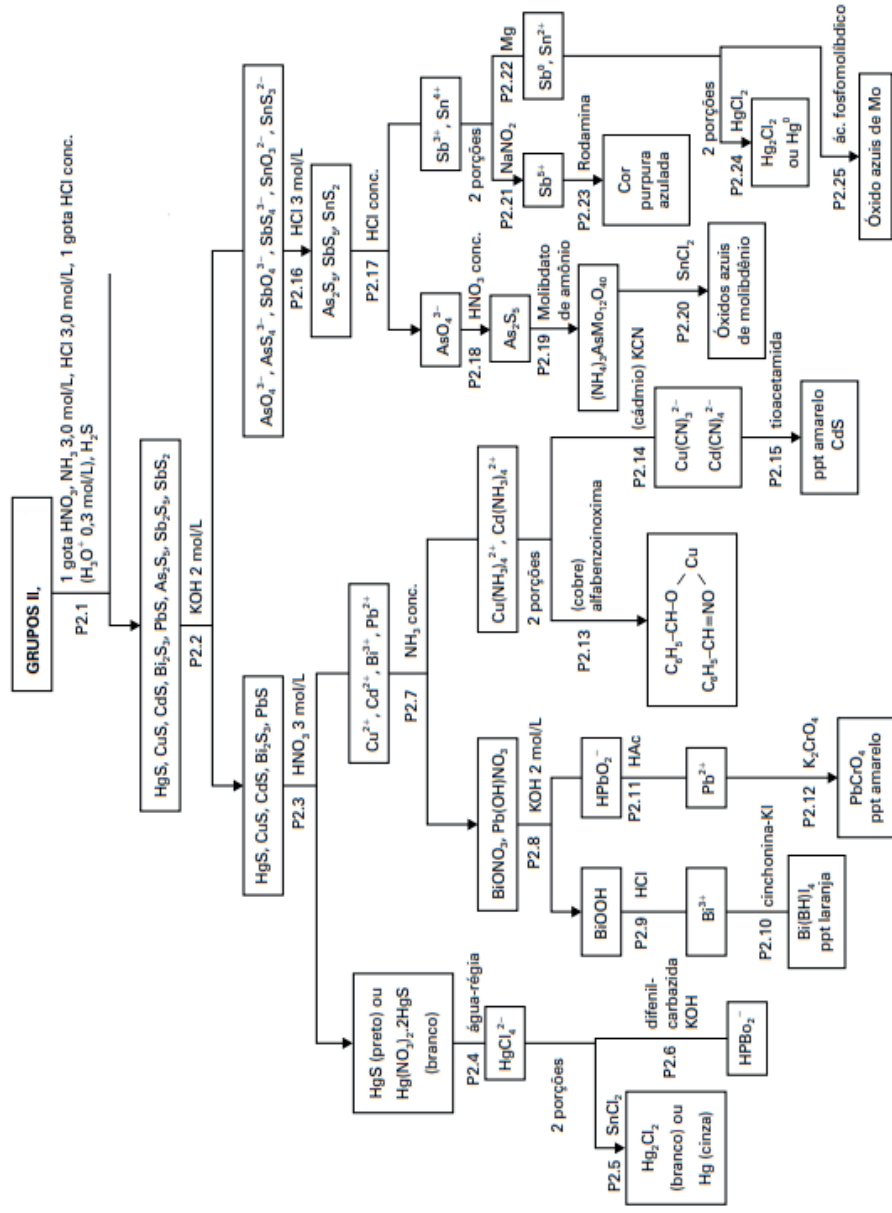
$$AgCl_{(s)} + HgCl_{(s)} + NH_{3(aq)} \longrightarrow \mathbf{HgO_{(s)}} + Ag(NH_4)^+_{(aq)}$$

(precipitado amarelo)

A última reação envolve a acidificação do meio com HCl, no qual o íon amoniato de prata precipita como cloreto de prata, conforme as equações.

$$Ag(NH_4)^+_{(aq)} + HNO_{3(aq)} + HCl_{(aq)} \longrightarrow \mathbf{AgCl_{(s)}} + NH_4NO_{3(aq)}$$

(precipitado branco)

1.1.2 Reações do Grupo II

O número de cátions do Grupo II é maior do que no Grupo I, sendo que todos reagem com ácido sulfídrico formando precipitados de sulfeto, conforme apresentado na Figura 37.

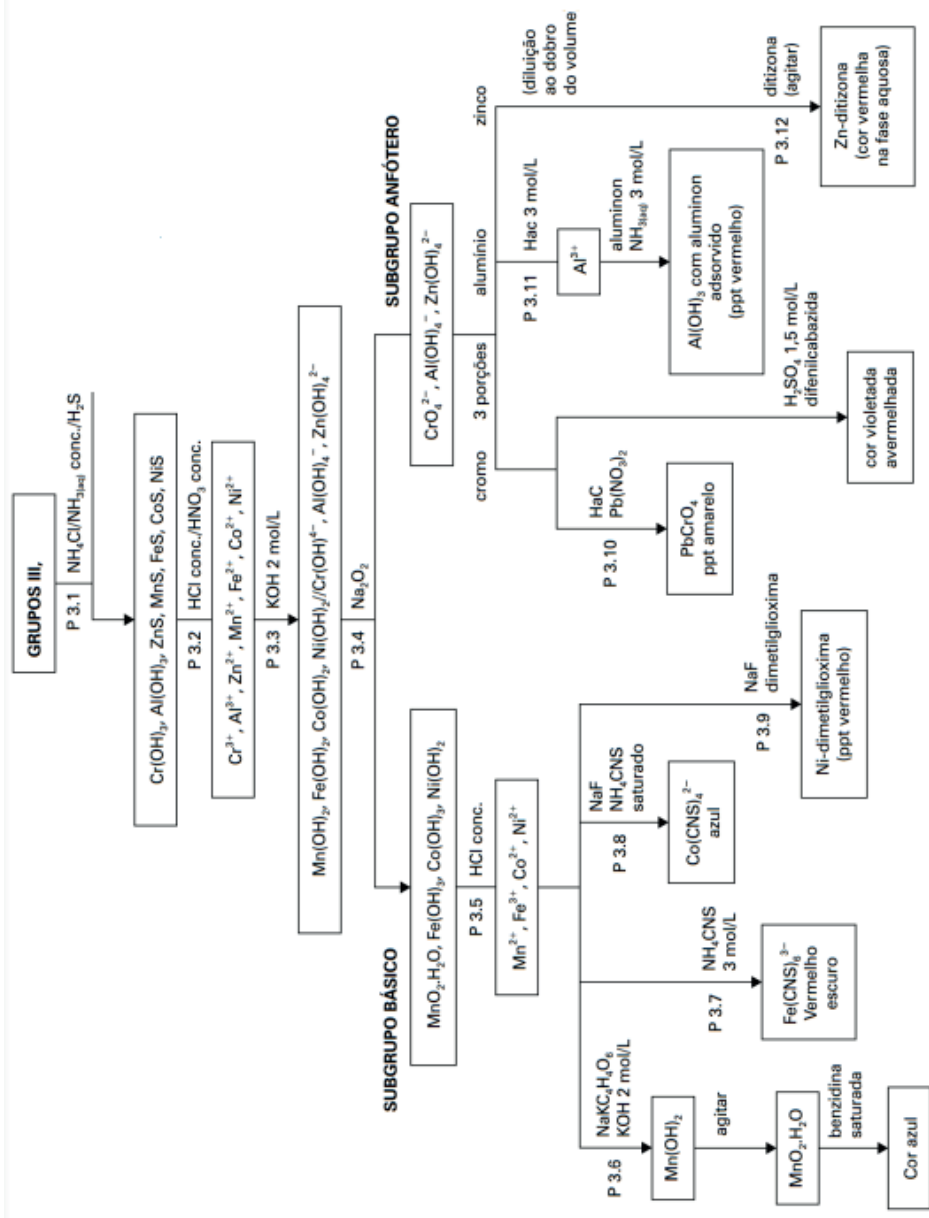
Figura 37: Fluxograma de análise sistemática dos cátions do Grupo II

Fonte: Acervo do autor (2024).

Logo, no Grupo II se faz necessário adicionar ácido sulfídrico (H_2S). Faça esse teste em capela de exaustão de gases, pois o ácido sulfídrico possui odor característico de enxofre, que pode ser minimizado pelo uso da tioacetaminda (gera H_2S no meio reacional). Para cátions do Grupo II, como o íon mercúrico (Hg^{2+}), o cobre (Cu^{2+}), o cádmio (Cd^{2+}), o bismuto (Bi^{3+}), o arsênio (As^{3+}) o antimônio (Sb^{3+}) e o estanho (Sn^{2+}), formam-se de precipitados de cores distintas que variam de branco, amarelo até azul. Todos são totalmente insolúveis e o valor do constante do produto de solubilidade (Kps) indica que praticamente não existem íons em solução, mesmo em equilíbrio.

1.1.3 Reações do Grupo III

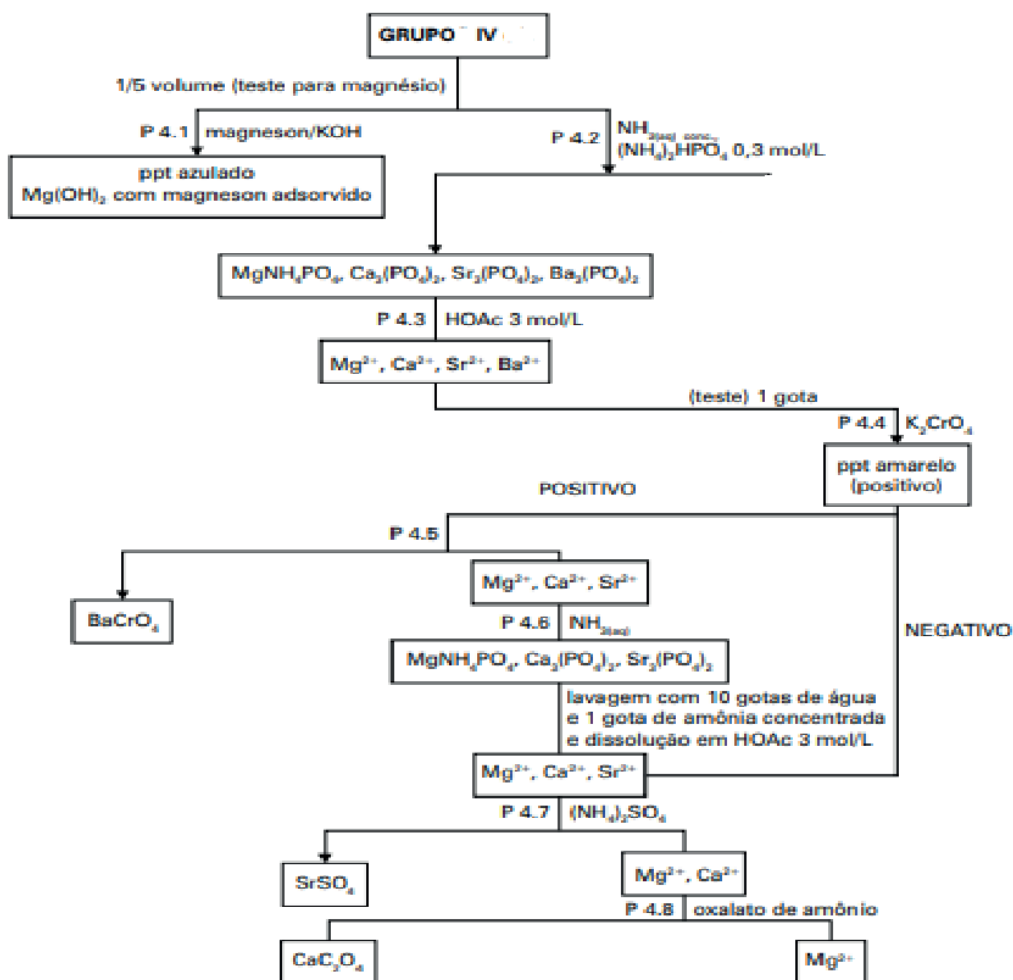
O Grupo III é composto por cátions que não precipitam em meio ácido, somente em meio alcalino com H_2S. É necessário observar que os cátions do Grupo II também precipitam em meio alcalino. A reação torna-se específica pelo controle estrito do pH. Assim, o pH da reação dos cátions do Grupo II deve ser ácido, enquanto que os do Grupo III obrigatoriamente devem ser alcalinos. Agindo dessa forma, você encontrará precipitados de sulfetos zinco (Zn^{2+}), manganês (Mn^{2+}), ferro (Fe^{3+}), cobalto (Co^{2+}) e níquel (Ni^{2+}). A exceção à regra fica por conta dos cátions de alumínio (Al^{3+}) e de cromo (Cr^{3+}) que, por serem instáveis na forma de sulfeto, reagem em solução formando precipitados de hidróxido de alumínio e hidróxido de cromo.

O pH da solução é que possibilita a separação dos grupos pelo controle da concentração de íons sulfeto. O sal de cloreto de amônio costuma ser adicionado antes da precipitação do grupo para aumentar a concentração de íons NH_4^+. Dessa forma, pelo efeito do íon comum, diminui a concentração de íons OH^-, prevenindo a dissolução dos hidróxidos de alumínio e/ou de cromo. Alumínio e cromo podem precipitar como hidróxidos que apresentam menor Kps, no entanto, o fator determinante da composição do precipitado é a relação entre os íons $OH^–$ e $S^{2–}$. Precipita o composto cujo Kps for alcançado primeiro. Se cromo e manganês ocorrem como ânions $CrO_4^{2–}$ e $MnO_4^–$, eles são reduzidos por íons sulfeto, diminuindo o seu estado de oxidação de 6+ para 3+ para o cromo e de 7+ para 2+ para o manganês, sendo precipitados como $Cr(OH)_3$ e MnS, respectivamente. Cromo, manganês, ferro, cobalto e níquel são elementos de transição, portanto, pode-se esperar que mostrem propriedades daqueles elementos que possuem a camada interna de elétrons incompleta, conforme o fluxograma da Figura 38.

Figura 38: Fluxograma de análise sistemática dos cátions do Grupo III

Fonte: Acervo do autor (2024).

1.1.4 Reações do Grupo IV

Esse grupo é constituído pelos cátions que não precipitam pelo íon cloreto, nem pelo íon sulfeto em meio ácido ou alcalino, mas precipitam como fosfatos pelo íon fosfato em solução amoniacal. São eles: Mg^{2+}, Ba^{2+}, Sr^{2+} e Ca^{2+}. Os membros desse grupo configuram uma situação incomum em relação aos outros grupos da análise sistemática, pois pertencem a um mesmo grupo da Tabela Periódica. Esta relação é uma desvantagem para a química analítica, já que é muito difícil separá-los e identificá-los. Os produtos de solubilidade têm valores muito próximos e torna-se necessário recorrer a testes de chama, os quais, sendo propriedade dos átomos, são absolutamente específicos e confiáveis.

Figura 39: Fluxograma de análise sistemática dos cátions do Grupo III

Fonte: Acervo do autor (2024).

A reação entre hidróxido de magnésio e para-nitro-azobenzeno-alfa-naftol (magneson II) é uma aplicação da propriedade e também uma reação específica. A identificação por meio dessa reação é mais sensível antes da precipitação do grupo, pois o fosfato duplo de magnésio e amônio, insolúvel em meio alcalino, produz interferência. Após a precipitação do grupo e a dissolução em ácido acético, o bário pode ser separado dos outros componentes como cromato de bário. A separação é efetuada em meio acético por causa do equilíbrio entre H^+ e CrO_4^{2-}, que mantém baixa a concentração de íon cromato e impede a precipitação do cromato de estrôncio. O estrôncio é separado do cálcio pela precipitação do sulfato de estrôncio pela adição de sulfato de amônio à solução. O sulfato de cálcio é consideravelmente mais solúvel que o sulfato de estrôncio; é provável que se forme o íon complexo $[Ca(SO_4)_2^{2-}]$. O cálcio é precipitado do centrifugado como oxalato de cálcio. As propriedades dos três elementos – bário, estrôncio e cálcio – são tão semelhantes que os testes de precipitação não são totalmente confiáveis; cada precipitado precisa ser examinado com fio de platina nos testes de chama.

1.1.5 Reações do Grupo V

O Grupo V é constituído pelos cátions cujos sais são solúveis em solução aquosa. São eles: Na^+, K^+ e NH_4^+. Esses íons não são precipitados sob as condições requeridas para a precipitação dos Grupos anteriormente apresentados. Portanto, todos os compostos de sódio, potássio e amônio são solúveis, e esse grupo não apresenta um reagente precipitante. Como nos grupos anteriores da análise sistemática, usam-se diversos reagentes sob a forma de compostos de amônio, por isso, o teste de íons amônio deve ser feito na solução original. Na remoção dos sais de amônio, por causa da volatilidade desses sais, é necessário converter cloretos de potássio e sódio em sulfatos pela adição de ácido sulfúrico. Os cloretos de sódio e potássio podem ser perdidos por aquecimento.

Em ausência do sódio, o potássio será identificado pelo aparecimento de uma cor violeta pálida na chama, de curta duração devido à volatilidade dos sais de potássio. Em presença do sódio, a coloração do potássio é mascarada, o que prejudica o teste. Nesse caso, interpõe-se entre a chama e o olho do observador um pedaço de vidro de cobalto, o qual, sendo opaco às radiações amarelas do sódio, permite a passagem das radiações do potássio de cor violeta (as muito curtas) e de cor violeta- -avermelhada (as mais longas). Assim, é possível identificar o potássio junto com o sódio.

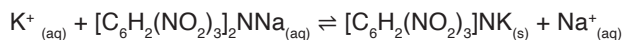
Para confirmar a presença desses dois metais, empregamos o seguinte processo: trate o restante do material contido no cadinho com 5 gotas de água.

1.1.5.1 Identificação do sódio

Recolha duas gotas da solução em um tubo de centrífuga. Junte quatro gotas de acetato de zinco e uranila. Deixe em repouso por 2 ou 3 minutos. O aparecimento de um precipitado amarelo esverdeado indica o sódio. A reação que ocorre é: $Na^+_{(aq)} + Zn^{2+}_{(aq)} + 3UO_2^{2+}{}_{(aq)} + 9C_2H_3O_2^-{}_{(aq)} \rightleftharpoons NaZn(UO_2)_3(C_2H_3O_2)_{9(s)}$

1.1.5.2 Identificação do potássio

Coloque diversas gotas do restante da solução em um tubo de ensaio. Trate com uma gota de dipicrilamina e deixe em repouso por alguns minutos. O aparecimento de cristais vermelho-alaranjados, com consequente enfraquecimento da cor da solução, indica o potássio.

$$K^{+}_{(aq)} + [C_6H_2(NO_2)_3]_2NNa_{(aq)} \rightleftharpoons [C_6H_2(NO_2)_3]NK_{(s)} + Na^{+}_{(aq)}$$

1.1.5.3 Identificação dos íons amônio

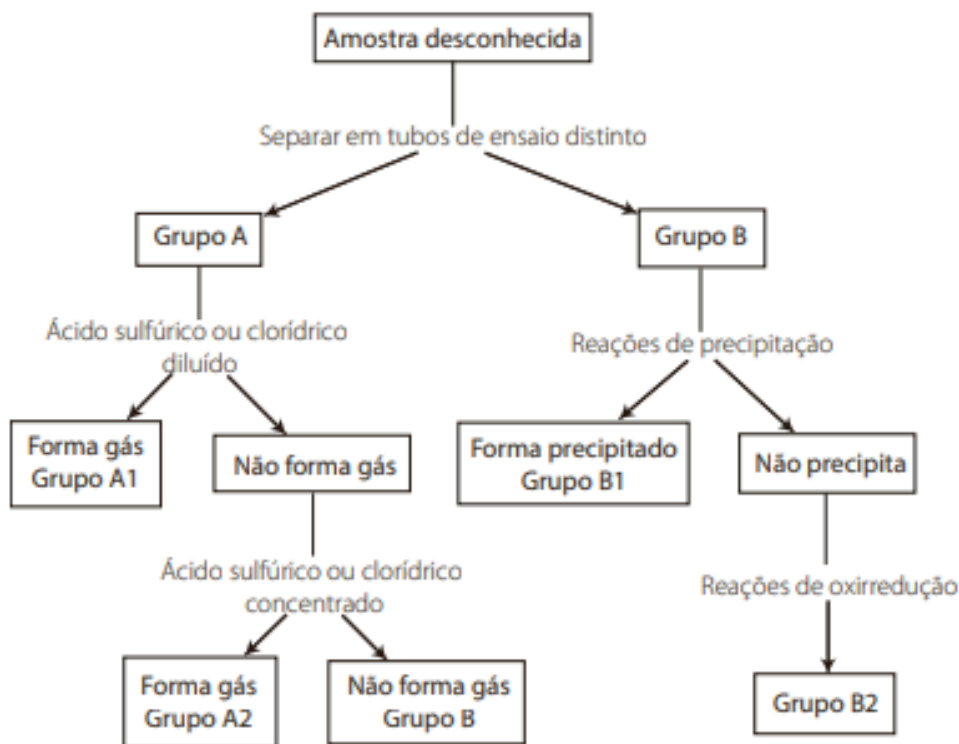
Coloque duas gotas da solução original em um pequeno tubo de ensaio. Adicione KOH 2,0 mol/L em excesso. Coloque um pedaço de papel de tornassol vermelho, umedecido com água, na boca do tubo, sem tocar nas paredes, e aqueça a solução. A mudança de cor do papel tornassol, do vermelho para o azul, indica a presença de sais de amônio.

Encerra-se aqui o estudo e propriedade dos cinco grupos de cátions. Será apresentado e discutido a reação dos ânions.

1.1.6 Reações do Grupo

A primeira forma e a mais simples de identificar e de classificar os ânions é de acordo com o cátion ligado a ele. Considerando que todos os ânions possuem cargas negativas, os cátions podem ser de dois tipos, o íon hidrogênio e outros íons. Sempre que o íon hidrogênio estiver ligado a um ânion, a estrutura formada é o que se denomina de ácido de Arrhenius. Nessa forma, o nome dos ânions é alterado. Assim, quando o ânion termina em "ato", na forma de ácido terá o nome de "ico", quando termina em "ito", o nome modifica-se para "oso" e, no caso da terminação ser "eto", o ácido receberá o nome de "ídrico". Na forma de ácido, os ânions são solúveis em água e, em alguns casos, como o do ácido fluorídrico (HF), do ácido clorídrico (HCl), do ácido sulfídrico (H_2S) e do ácido nítrico (HNO_3) são gases solubilizados em água. Ácidos orgânicos possuem o cátion H+ e um ânion orgânico como o formiato (metanoato), o acetato (etanoato), o caproato (hexanoato), o ropanato. O ácido fórmico é volátil e, por isso, denominado de ácido volátil, já o ácido capróico é denominado de fixo por não se volatilizar. Esse processo inverte-se quando o cátion é diferente do hidrogênio. Uma grande parcela dos sais inorgânicos é pouco solúvel em água e forma precipitados. Essas é a característica diferencial dos sais, sua solubilidade em água. De todos os sais disponíveis, apenas os formados por nitrato (NO_3^-), por acetato ($CH_3CO_2^-$), por clorato (ClO_3^-) e por perclorato (ClO_4^-) formam sais solúveis. A terceira forma de se reconhecer um ânion é pela coloração da solução. A maioria dos sais e dos ácidos formados por carbono, fósforo, cloro, enxofre (como sulfatos e sulfitos) são incolores. Os outros ânions apresentam coloração característica, como, por exemplo,

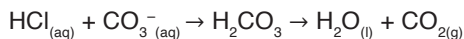
o permanganato (MnO_4^-) possui coloração roxa, já o cromato (CrO_4^{2-}) possui cor amarela, enquanto do dicromato ($Cr_2O_7^{2-}$) possui coloração alaranjada. Além da identificação por aspectos físico-químicos que são inespecíficos, existe a elucidação estrutural por meio de reações químicas que são características para cada grupo de ânions. Como exemplo desse processo temos a separação dos ânions em dois grandes grupos, o grupo A, que reage com ácidos fracos (grupo A1) ou fortes (grupo A2) formando compostos voláteis; e o grupo B, que não forma compostos voláteis, mas depende de outras reações químicas. O grupo B é dividido em ânions identificados por reações de precipitação (grupo B1) e por reações de oxirredução (grupo B2), conforme apresentado no fluxograma da Figura 40.

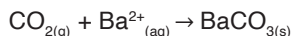
Figura 40: Fluxograma de separação dos ânions

Fonte: Adaptado de Vogel (1981).

Diversos tipos de reação estão envolvidos nesse processo, desde a formação de gases com ácidos concentrados ou diluídos até a formação de precipitados ou reações de oxidorredução. Essas reações não irão separar os ânions em grupos; para cada ânion suspeito deve-se realizar um teste específico. Os ânions mais comuns a serem testados são: carbonato (CO_3^{2-}), cromato (CrO_4^{2-}), nitrato (NO_3^-), fluoreto (F^-), cloreto (Cl^-), brometo (Br^-), iodeto (I^-), sulfeto (S^{2-}), sulfito (SO_3^{2-}) e tiossulfato ($S_2O_3^{2-}$).

1.1.6.1 Identificação do carbonato e bicarbonato

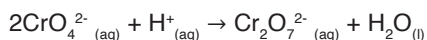
O carbonato é um ânion muito presente em elementos minerais, especialmente aqueles que contêm cálcio como cátion. Sua identificação se dá pela reação abaixo:

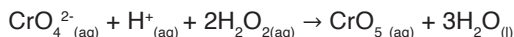
$$HCl_{(aq)} + CO_3^{-}{}_{(aq)} \rightarrow H_2CO_3 \rightarrow H_2O_{(l)} + CO_{2(g)}$$

Para confirmar a presença de gás carbônico, ele pode ser borbulhado em solução contendo bário. A formação de carbonato de bário confirma a seguinte reação:

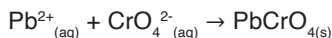
$$CO_{2(g)} + Ba^{2+}{}_{(aq)} \rightarrow BaCO_{3(s)}$$

O ânion bicarbonato também pode ser identificado a partir da liberação de gás carbônico, sem necessitar de ácido. Para isso, basta apenas aquecer a solução, uma vez que o bicarbonato se decompõe em altas temperaturas.

1.1.6.2 Identificação do ânion cromato

O ânion cromato não é muito comum em ambiente laboratorial devido à sua toxicidade. No entanto, pode ser identificado pela reação com ácido diluído, levando à formação de dicromato.

$$2CrO_4^{2-}{}_{(aq)} + H^{+}{}_{(aq)} \rightarrow Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)} + H_2O_{(l)}$$

Outra forma de verificar esse ânion envolve uma reação de oxidorredução com peróxido de hidrogênio, com formação de coloração azul intensa.

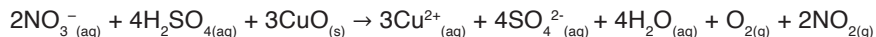
$$CrO_4^{2-}{}_{(aq)} + H^{+}{}_{(aq)} + 2H_2O_{2(aq)} \rightarrow CrO_5{}_{(aq)} + 3H_2O_{(l)}$$

Uma terceira forma de identificar o ânion cromato é por meio de reação de precipitação com bário ou chumbo (DIAS et al., 2016).

$$Pb^{2+}{}_{(aq)} + CrO_4^{2-}{}_{(aq)} \rightarrow PbCrO_{4(s)}$$

1.1.6.3 Identificação do ânion nitrato

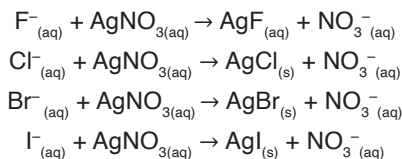
Esse elemento é muito utilizado na forma de sais para a produção de fertilizantes ou fogos de artifício. Sua identificação envolve o uso de ácido sulfúrico concentrado, que, na presença de nitratos, libera dióxido de nitrogênio e gás oxigênio

$$4NO_3^{-}{}_{(aq)} + 2H_2SO_{4(aq)} \rightarrow 4NO_{2(g)} + O_{2(g)} + 2SO_4^{2-}{}_{(aq)} + 2H_2O_{(l)}$$

Outra forma de identificar o nitrato é sua reação com ácido sulfúrico concentrado na presença de cobre metálico. Além de liberarem vapores de dióxido de nitrogênio, a solução adquire coloração azul característica.

$$2NO_{3\ (aq)}^{-} + 4H_2SO_{4(aq)} + 3CuO_{(s)} \rightarrow 3Cu^{2+}_{(aq)} + 4SO_{4\ (aq)}^{2-} + 4H_2O_{(aq)} + O_{2(g)} + 2NO_{2(g)}$$

1.1.6.4 Identificação dos ânions fluoreto, brometo, iodeto e cloreto

Para os quatro ânions, procede-se à precipitação com nitrato de prata. Nessa reação, apenas o brometo, o iodeto e o cloreto precipitam; fluoretos de prata são solúveis. O que diferencia os outros três ânions são suas colorações: o brometo de prata é branco amarelado, o iodeto de prata é amarelo pálido e o cloreto de prata é branco. Observe as reações:

$$F^{-}_{(aq)} + AgNO_{3(aq)} \rightarrow AgF_{(aq)} + NO_{3\ (aq)}^{-}$$
$$Cl^{-}_{(aq)} + AgNO_{3(aq)} \rightarrow AgCl_{(s)} + NO_{3\ (aq)}^{-}$$
$$Br^{-}_{(aq)} + AgNO_{3(aq)} \rightarrow AgBr_{(s)} + NO_{3\ (aq)}^{-}$$
$$I^{-}_{(aq)} + AgNO_{3(aq)} \rightarrow AgI_{(s)} + NO_{3\ (aq)}^{-}$$

1.1.6.5 Reação dos ânions

Outra forma de se identificar esses ânions (com exceção do fluoreto) é utilizando um agente oxidante como o dióxido de manganês. Cada um dos componentes gera um gás característico: o Cl_2, Br_2 e I_2, cada um com cor característica. O gás cloro possui coloração verde claro; o gás bromo, pardo avermelhado; e o gás iodo, violáceo.

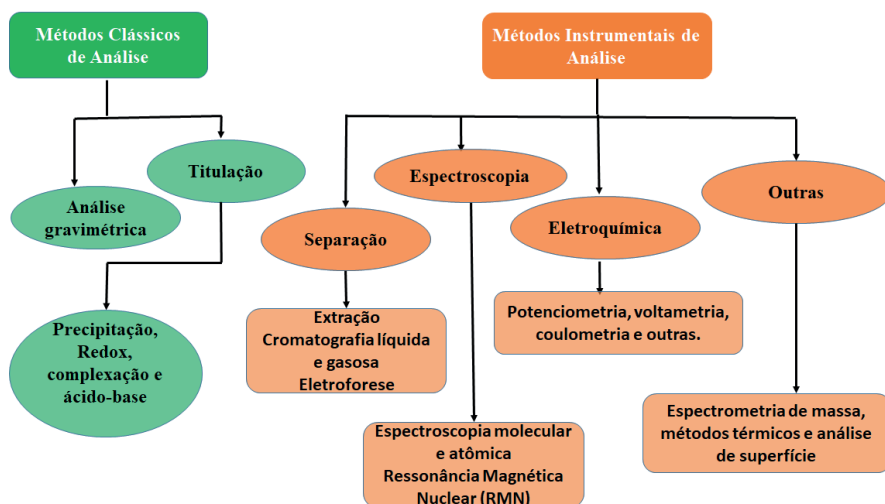
A identificação de ânions é algo complexo devido à quantidade de reações cruzadas que podem ser observadas, isto é, diferentes ânions reagem de forma semelhante com um mesmo reativo. Existem inúmeras outras formas de separação envolvendo reações químicas, mas que não foram objeto de apresentação e discussão neste capítulo.

MÉTODOS INSTRUMENTAIS DE ANÁLISE

1. INTRODUÇÃO

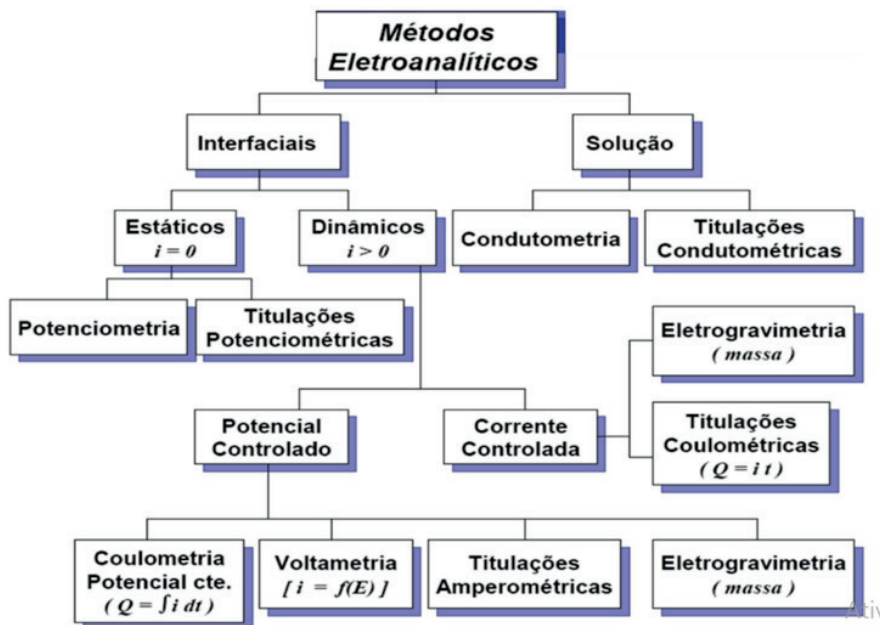
A partir deste capítulo serão apresentados os métodos instrumentais de análise (Análise instrumental) em termos de conceitos e aplicações nas mais diversas situações. Ao final da disciplina, você será capaz de classificar e distinguir os principais métodos utilizados em um laboratório de química ou de controle de qualidade, descrevendo os parâmetros e compreendendo a aplicação da melhor técnica dentro de determinado contexto. Não serão apresentados e explorados todos os métodos, haja vista que o tempo de dedicação de estudo e a carga horária seriam insuficientes para isso, sem falar na impossibilidade de aprender todos os métodos instrumentais de uma única vez.

Para darmos início aos métodos instrumentais de análise, precisamos ter em mente os diferentes tipos de técnicas analíticas, conforme apresentado no fluxograma da Figura 41.

Figura 41: Fluxograma dos métodos clássicos e instrumentais de análise

Fonte: O autor (2023).

É importante ressaltar que os métodos instrumentais não surgiram com o intuito de substituir os métodos clássicos, visto que a aquisição de aparelhos se deve a frequência de realização de determinada análise e a exatidão do resultado. Em alguns casos, os métodos clássicos são empregados em laboratórios com grande variedade de equipamentos de análise. Em nosso curso daremos ênfase aos métodos eletroanalíticos, espectroanalíticos e cromatográficos. Neste sentido, vamos dar início aos nossos estudos a partir da Eletroanalítica.

As técnicas eletroanalíticas compreendem um grupo de métodos analíticos baseado nas propriedades elétricas de um analito em solução e distribuem em diferentes técnicas, conforme a Figura 42.

Figura 42: Fluxograma das diferentes técnicas eletroanalíticas

Fonte: Acervo do autor (2023).

Neste capítulo, enfatizaremos os métodos potenciométricos e condutimétricos que serão apresentados e discutidos no próximo tópico.

1.1 Potenciometria

A análise potenciométrica se constitui em uma técnica na qual se utiliza uma Célula eletroquímica constituída de dois eletrodos, cada um imerso em uma solução eletrolítica (interligados por uma ponte salina), na qual são conectados à um potenciômetro. As células eletroquímicas podem ser galvânicas ou eletrolíticas. A primeira produz eletricidade por meio de uma reação espontânea (pilha), já a segunda necessita de uma fonte externa de energia elétrica para sua operação. Logo, a potenciometria consiste em um conjunto de métodos analíticos instrumentais destinados a determinar a concentração, mediante a medida da diferença de potencial em uma célula eletroquímica na qual ocorre uma transferência de elétrons de forma espontânea. Para tanto, tal técnica utiliza um **eletrodo** que pode ser aplicado: ***i)*** na determinação da concentração do analito de interesse; ***ii)*** ânions halogenetos (Cl^-, Br^-, F^- e I^-) e oxigenados (NO_3^-, ClO_3^-); ***iii)*** cátions monovalentes (H^+, Li^+, Na^+, K^+) e divalentes (Mg^{2+}, Ca^{2+}, Cu^{2+}, Pb^{2+} entre outros). Entre as inúmeras

aplicações de potenciometria, iremos nos limitar a abordagem de uma das técnicas mais utilizadas e simples que existem: a medição do pH de soluções líquidas.

O pH é definido como o potencial hidrogeniônico de uma solução, que consiste em medir a acidez de uma amostra a partir da concentração de íons hidrônio (H_3O^+) de substâncias dissolvidas em água, logo: **pH = - log $[H_3O^+]$**.A escala de pH varia de 0 a 14, conforme apresentado na Figura 43.

Figura 43: escala numérica do pH

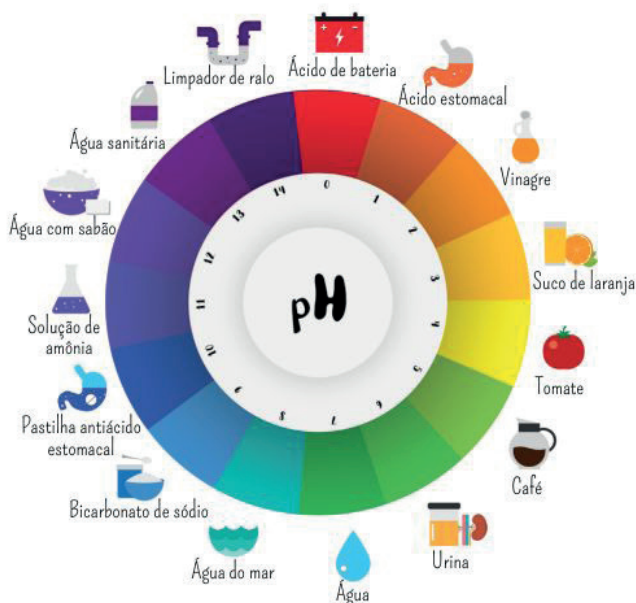
Escala de pH

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14

Ácido **Neutro** **Alcalino**

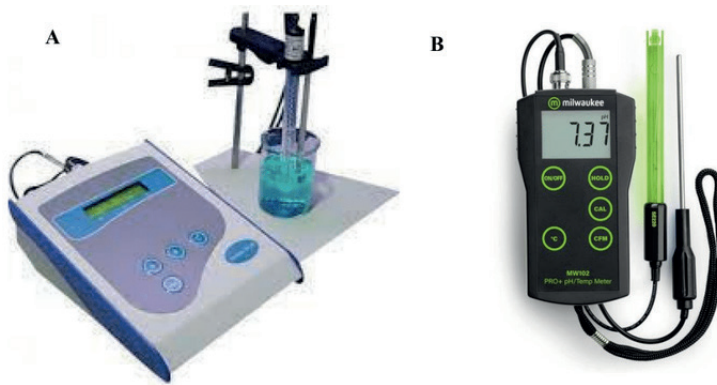
Fonte: Acervo do autor (2023).

Pela Figura 43 é possível observar três faixas de pH: de 0 a 6 é considerado ácido, 6 a 8 é neutro e acima de 8 até 14 é básico. Inúmeros exemplos de substâncias do dia-a-dia possuem valores de pH previamente determinados, conforme a Figura 44.

Figura 44: valores de pH definidos para diversas finalidades do cotidiano.

Fonte: Acervo do autor (2023).

O pH é um parâmetro extremamente importante em inúmeras áreas, dentre as quais: ***i)*** pH da água para fins potáveis (de 6,5 a 8,5); ***ii)*** o tampão biológico (CO_3^-/HCO_3) presente no organismo humano; ***iii)***o suco gástrico no estômago, produzido pela bile, responsável pelo processo digestivo; ***iv)*** pH de frutas cítricas (laranja, limão, abacaxi entre outros); ***v)*** o pH da urina que pode indicar anormalidades no organismo;***vi)*** produtos de limpeza (ácido muriático, sabão, detergente, amaciante entre outros) e uma infinidade de outras aplicações.

Em um laboratório de química ou controle de qualidade, a medida de pH se constitui em um dos parâmetros mais importantes a serem monitorados na rotina de um laboratório. A fim de se verificar com exatidão o valor de pH de uma amostra de interesse, utiliza-se um pHmetro de bancada, conforme apresentado na Figura 45.

Figura 45: Modelo de (a) pHmetro de bancada e (b) portátil.

Fonte: Acervo do autor (2023).

Os pHmetros (de bancada ou portátil) necessitam ser calibrados com soluções de pH (soluções padrão) previamente definidos, em geral, em pH 4 e 7. Podendo ser utilizados maiores valores de pH, a depender do pH das amostras a serem analisadas. A constituição de um pHmetro é composta por um eletrodo de vidro e membrana na ponta do eletrodo, um termômetro e duas soluções padrão de pH conhecidos. Apesar de existirem inúmeros modelos de pHmetro, a forma de calibração é praticamente a mesma e segue o seguinte procedimento.

1. Ligue o aparelho na tomada, em geral são equipamentos bivolts.
2. Ligue o aparelho, botão localizado nas “costas” do aparelho e espere um tempo até o display estabilizar.
3. Selecione a opção “cal” que significa calibrar.
4. Retire o eletrodo da solução de repouso e lave com água destilada e seque, vagarosamente, o eletrodo.
5. Coloque a solução padrão de pH 4 e aperte “cal” até o aparelho indicar “lave o eletrodo”, proceda à lavagem e coloque a outra solução de pH 7 e aperte

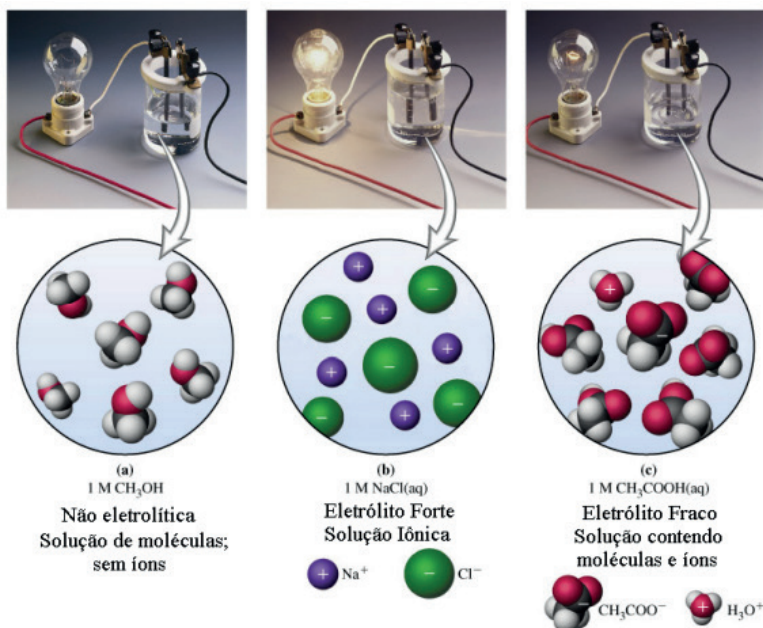
"cal" até o aparelho indicar a sensibilidade da medida (**não pode ser inferior a 95%),** retire o eletrodo, lave com água destilada e coloque em uma solução de água até a sua utilização.

6. Guarde os padrões na geladeira para uso futuro. Recomenda-se a retirada de uma alíquota de cada solução padrão a ser utilizado na rotina do laboratório, sem a devolver para o frasco inicial evitando a contaminação do padrão original.
7. Se o pHmetro não for mais utilizado, realize uma limpeza do eletrodo com abundância de água. Seque-o com papel liso e macio e o guarde no invólucro da solução de AgCl. Desligue o aparelho e o retire da tomada, em caso de não existir um estabilizador de tensão no laboratório.

Observação: nunca deixe o eletrodo seco, pois a membrana pode ressecar e o aparelho vir a sofrer avaria durante as medições e/ou a perda total do eletrodo, dependendo do tempo e frequência em que fica seco.

1.2 Condutimetria

A condutimetria (condutometria) se constituiu em uma técnica eletroanalítica, na qual se mede a condutância de soluções iônicas por meio da migração de íons positivos e negativos com aplicação de um campo elétrico. Logo, a condutância depende do número de íons presentes, bem como das cargas e das mobilidades destes íons. O resultado é expresso pela soma das condutâncias individuais das espécies iônicas no meio. A condutância de uma solução pode ser medida em um circuito elétrico que ascenderá ou não uma lâmpada conforme representado na Figura 46.

Figura 46: condução elétrica em função da natureza da substância

Fonte: Acervo do autor (2023).

Entre os fatores que afetam a condutividade elétrica se encontram a natureza dos íons e da sua concentração em solução, que independe da temperatura. Se uma solução com eletrólito for diluída, a condutividade decresce em função da menor quantidade de íons presentes por mL na solução. Isto ocorre em função da diminuição dos efeitos interiônicos, no caso de eletrólitos fortes, e a um aumento do grau de dissociação, no caso de eletrólitos fracos. A fim de entender a mobilidade dos íons em solução, se faz necessário compreender que os íons estão sobre efeito de quatro forças: elétrica, friccional, efeito eletroforético e relaxação.

A **força elétrica** se constitui no produto resultante entre o potencial do eletrodo e a carga do íon, que tende a mover os íons em uma direção especifica por meio do aumento do campo elétrico (V) o íon Z será atraído para o eletrodo de carga oposta quanto maior for o campo elétrico. Já a **força friccional** é especifica de cada íon, que deve romper a barreira do solvente que impede o progresso do íon em direção ao polo carregado com sinal oposto a este. A magnitude desta força de retardamento é de difícil determinação. Por outro lado, a força resultante do **efeito eletroforético** se constitui no movimento de íons de carga oposta que rodeiam os íons de interesse. Estes íons são solvatados e carregam partículas do solvente que retardam o movimento. A camada de solvatação tende a se movimentar em sentido oposto ao do íon. Por fim, o **efeito de relaxamento** se constitui no desaceleramento do íon em função da presença de cargas com sinal oposto que se encontra no caminho da partícula em movimento.

A aplicação da medida de condutividade elétrica de íons é um parâmetro utilizado em diferentes situações, entre as quais: ***i)*** verificar a pureza de água destilada ou desionizada; ***ii)*** verificar variações nas concentrações das águas minerais; ***iii)*** determinar o teor de substâncias iônicas dissolvidas; ***iv)*** Determinar a concentração de eletrólitos de soluções simples; ***v)*** determinação de nitrogênio em matéria orgânica, por meio da conversão a amônia.

Em termos instrumentais, os condutivimetro são muito semelhantes aos pHmetros de bancada ou portáteis. Em alguns casos podem vir associado a medida de pH e outros parâmetros analíticos, conforme a Figura 47.

Figura 47: Condutivimetro de bancada

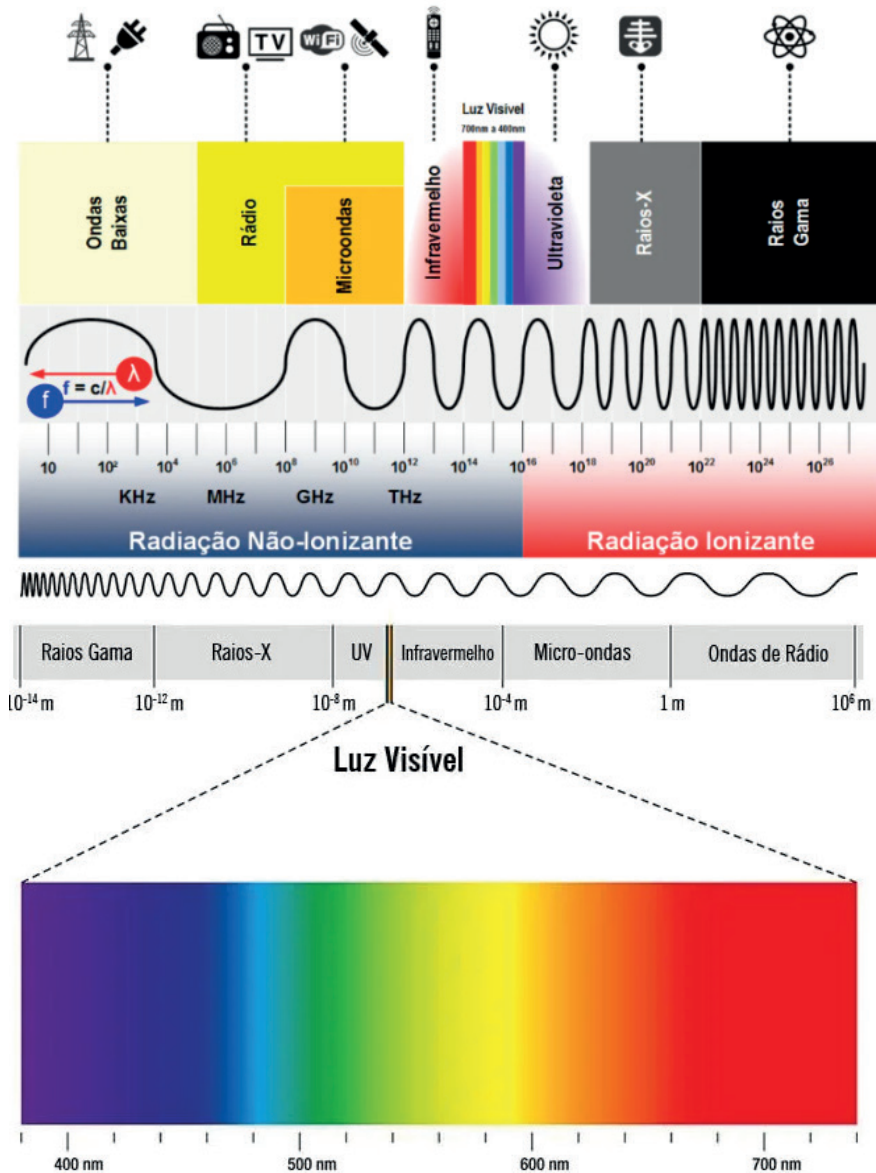
Fonte: Acervo do autor (2023).

Pela Figura 47, observa-se que o condutivimetro possui, exatamente, a mesma aparência de um pHmetro de bancada. Além disso, possui um eletrodo e um sensor de temperatura. Por serem medidas que utilizam princípios muito semelhantes, podem ser comercializados em um mesmo aparelho.

Os métodos eletroanalíticos possuem diversas outras aplicações que não foram abordadas neste capítulo, mas você terá condições de aprender de forma autônoma na literatura especifica ou na prática na rotina de um laboratório de análises ou controle de qualidade.

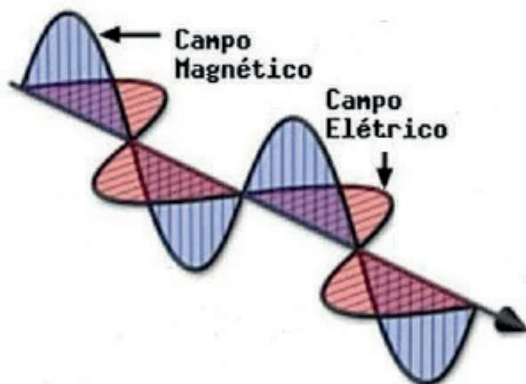
1.3 Métodos espectroanalíticos

A Espectrometria compreende um grupo de métodos analíticos baseados nas propriedades dos átomos e moléculas de absorver ou emitir energia eletromagnética em uma determinada região do espectro eletromagnético. Logo, os métodos espectroscópicos podem ser classificados de acordo com a região do espectro eletromagnético envolvida na medida. As regiões espectrais que têm sido empregadas incluem: ***i)*** os raios γ; ***ii)*** os raios X; ***iii)*** ultravioleta (UV) e visível; ***iv)*** infravermelha e; ***v)*** micro-ondas e radiofrequência (NEGRETO et al., 2013; QUINTINO et al., 2017; SOUSA et al., 2019), conforme ilustrado na Figura 48.

Figura 48: Ilustração do Espectro Eletromagnético

Fonte: Acervo do autor (2023).

A **radiação eletromagnética** pode ser descrita como uma **onda** com propriedade como comprimento de onda, frequência, velocidade e amplitude. Entretanto, o modelo ondulatório falha quando se considera os fenômenos associados com a absorção e emissão de energia radiante. Para esses processos, a radiação eletromagnética pode ser tratada como pacotes discretos de energia ou partículas chamados **fótons** (BIELEMANN et al., 2017; RUBIM et al., 2012).

Quando se lida com fenômenos como a reflexão, refração, interferência e difração, a radiação eletromagnética é modelada de forma conveniente como ondas constituídas de um campo elétrico e um campo magnético oscilante e perpendicular entre si, conforme apresentado na Figura 49.

Figura 49: Ilustração do campo eletromagnético

Fonte: Acervo do autor (2023).

Assim, torna-se necessário pensar no feixe de luz como sendo constituído por um "conjunto de fótons". Sendo que cada fóton possui uma energia (E) característica, que está relacionada à frequência da radiação pelas Equações 1 e 2.

$$E = hv \qquad \text{Eq. 1}$$

$$E = \frac{hc}{\lambda} \qquad \text{Eq. 2}$$

onde h = constante de Planck ($6{,}624 \times 10^{-27}$ J.s)

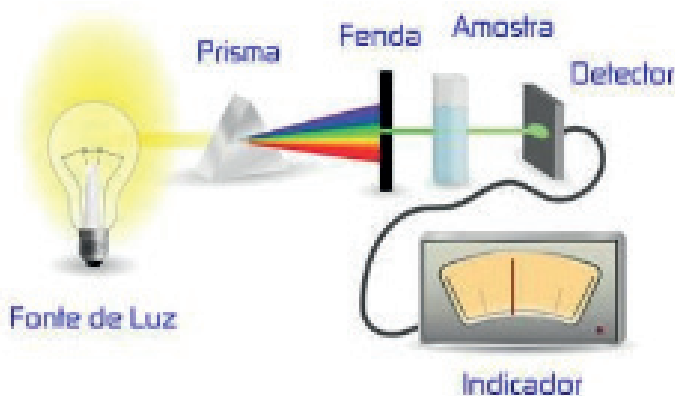
Dessa forma, cada comprimento de onda está associado a uma quantidade definida de energia. A intensidade de um feixe de radiação é proporcional ao número de fótons e independe da energia de cada fóton. Considerando o modelo ondulatório, a intensidade do feixe é proporcional ao módulo dos vetores. A absorção de radiação tem como consequência à diminuição do número de fótons e da amplitude das ondas que constituem a energia do feixe e, consequentemente, o comprimento de onda da radiação incidente. Logo, se faz necessário definir alguns conceitos bastante utilizados.

- **Comprimento de onda (λ):**distância entre dois pontos na mesma fase da onda;
- **Período (p):** O tempo em segundos necessário para a passagem de dois máximos sucessivos ou dois mínimos por um ponto fixo no espaço;
- **Frequência (n):** número de ciclos que passam num ponto fixo, por segundo. É o inverso do período.

Concluída a apresentação e discussão de inúmeros conceitos que envolvem a radiação eletromagnética, faz-se necessário introduzir o conceito das técnicas espectroanalíticas, a começar pela espectrofotometria UV-Vis que será apresentado e discutido no próximo tópico.

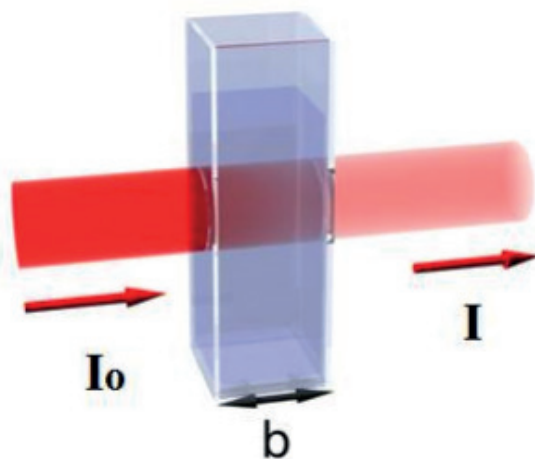
1.3.1 Espectrofotometria UV-Vis

Constitui-se em uma das técnicas analíticas mais utilizadas para determinação quantitativa de espécies químicas, em função da robustez, instrumentação relativamente simples e de baixo custo e ao grande número de aplicações desenvolvidas. A Espectrofotometria se baseia na medida da absorção de radiação eletromagnética nas regiões do visível e ultravioleta por espécies químicas (moléculas ou íons) em solução. Em termos quantitativos, a atenuação do feixe de radiação é, dentro de certos limites, proporcional à concentração da espécie química a ser determinada (SALDANHA; ARAÚJO; NETO, 1999; SANTOS et al., 2022; SANTOS; DEMIATE; NAGATA, 2010; SOUSA et al., 2019). O princípio básico de funcionamento de espectrofotômetro UV-Vis é apresentado na Figura 50.

Figura 50: esquema do princípio básico de funcionamento de um espectrofotômetro UV-Vis

Fonte: Acervo do autor (2023)

A Espectrofotometria consiste em um método de análise óptico baseado em medidas de absorção de radiação eletromagnética, que opera no comprimento de onda na região do visível e/ou ultravioleta (180 a 800 nm). Quando a luz atravessa uma substância, parte da energia é absorvida gerando a **absorbância/absorvância**. Por outro lado, a **transmitância** é a fração da luz incidente em um determinado comprimento de onda específico que atravessa uma amostra de matéria. A espectrofotometria UV-Vis apresenta inúmeras vantagens e aplicações, entre as quais: ***i)*** utilizada para determinação de compostos

inorgânicos e orgânicos, desde que sejam substâncias cromóforas; ***ii)*** a técnica possui uma sensibilidade que se encontra entre 10^{-4} a 10^{-5} mol/L, que pode ser ampliado para 10^{-6} e 10^{-7} mol/L em função dos avanços tecnológicos; ***iii)*** a absorção da radiação depende, a *priori*, do número e do arranjo dos elétrons nas moléculas ou íons absorventes. Como consequência, o pico de absorção pode ser correlacionado com o tipo de ligação que existe na espécie que está sendo estudada; ***iv)*** constitui-se em uma ferramenta valiosa para a identificação de grupos funcionais na molécula; ***v)*** é extremamente útil para a determinação quantitativa de compostos contendo grupos absorventes ou cromóforos. Logo, o espectrofotômetro tem a função de comparar a radiação absorvida ou transmitida ao passar um feixe de luz através da amostra e fazer a medição da intensidade da luz que atinge o detector, comparando-a com a fração de luz que passa por uma solução de referência (padrão), conforme ilustração da Figura 51.

Figura 51: Ilustração da radiação incidente (I_o) e parte da refletida e/ou absorvida (I)

Fonte: Acervo do autor (2023).

Entretanto, faz-se necessário entender a relação entre absorbância (A) e transmitância (T), por meio das Equações 3 e 4.

$$T = I/I_o \qquad \text{Eq. 3}$$

$$A = -\log_{10}T \qquad \text{Eq. 4}$$

1.3.1.1 Lei de Lambert-Beer

A Lei de Absorção (Lambert-Beer) estabelece, quantitativamente, como a grandeza da atenuação depende da concentração das moléculas absorventes (C) e da extensão do caminho (b) sobre o qual ocorre a absorção, podendo ser representada pela Equação 5 e 6.

$$A = \varepsilon.b.c \qquad \text{Eq. 5}$$

$$T = 10^{-\varepsilon.b.c} \qquad \text{Eq. 6}$$

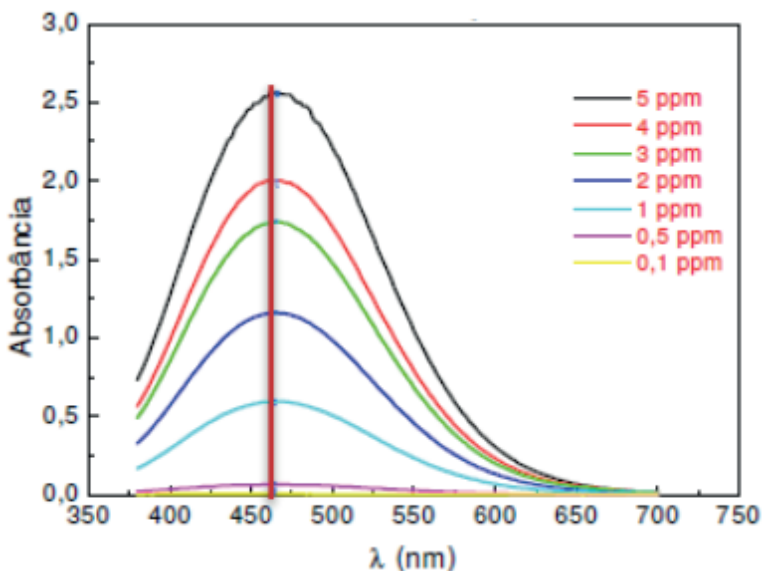
Onde:

- Ɛ (épsilon) = absortividade molar expressa em L /mol.cm;
- b= expressa o recipiente (cubeta) em centímetros (cm);
- c = expressa à concentração do analito em mol/L;

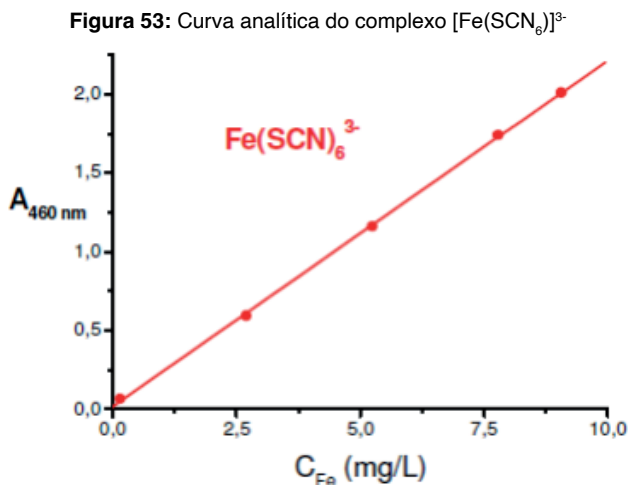
A grandeza Ɛ é simplesmente um coeficiente de proporcionalidade entre a absorvância (A) e o produto bc. Quanto maior o valor de Ɛ, maior a será A. Logo, Ɛ é característica de uma substância que indica a quantidade de luz absorvida num determinado comprimento de onda (λ). Portanto, A e Ɛ dependem de λ proveniente da luz, conforme Equação 7.

$$A_{\lambda} = \varepsilon_{\lambda}.b.c \qquad \text{Eq. 7}$$

Tal equação demonstra experimentalmente a relação de proporcionalidade entre A e Ɛ, conforme Figura 52.

Figura 52: Espectro de absorção do complexo $[Fe(SCN_6)]^{3-}$

Fonte: Acervo do autor (2023).

Entretanto, a Lei de Beer apresenta uma limitação real em relação à concentração de soluções, visto que estas não podem excedem um valor acima de 0,01 mol/l. Isto pode ser explicado em função da distância média entre os íons ou moléculas da espécie absorvente, que diminui a ponto de que cada partícula afeta a distribuição de carga, afetando a extensão da absorção das moléculas vizinhas, interferindo diretamente na relação linear absorbância x concentração. A partir dos espectros de absorção do complexo $[Fe(SCN_6)]^{3-}$ (Figura 53), pode se projetar um gráfico das concentrações em função da absorbância, conforme representado pela Figura 53.

Figura 53: Curva analítica do complexo $[Fe(SCN_6)]^{3-}$

Fonte: Acervo do autor (2023).

As medidas são realizadas no espectrofotômetro UV-Vis, conforme apresentado na Figura 54 abaixo.

Figura 54: Modelo de um espectrofotômetro de bancada

Fonte: Acervo do autor (2023).

O recipiente na qual é colocada a solução é denominado de **Cubeta**, que podem ser de três tipos:

- **Vidro:** constituída de SiO_2 (Sílica) com vidro, que transmite a radiação na região do ultravioleta e visível. Logo, só podem ser utilizadas no λ do visível;
- **Plástico:** são descartáveis e podem ser utilizadas para medir oλ no visível e ultravioleta;
- **Quartzo:** são utilizadas para realizar o espectro de varredura para determinada substância.

As Cubetas mais comuns possuem b de 0,5 a 10 cm, sendo que a de 1 cm é a mais comum. O manuseio das cubetas requer alguns cuidados tais como: ***i)*** **nunca tocá-las** diretamente com a mão antes de introduzi - lá, a fim de evitar impressões digitais e até ranhuras que possam prejudicar a passagem da luz e, consequentemente, o valor da absorbância e/ou transmitância; ***ii)*** jamais submeter as cubetas a processos de secagem em estufa e/ou outra fonte de aquecimento e; ***iii)*** **nunca sonicar a cubeta de quartzo.**

1.3.1.2 Curva Padrão ou de Calibração

A curva padrão consiste na expressão gráfica que relaciona a absorbância e a concentração do analito de interesse em determinada amostra. Por meio da curva pode se determinar a relação matemática (equação da reta) com base na análise gráfica, determinando-se a linearidade da reação a partir do cálculo de um fator de conversão de valores de absorvância em concentração.

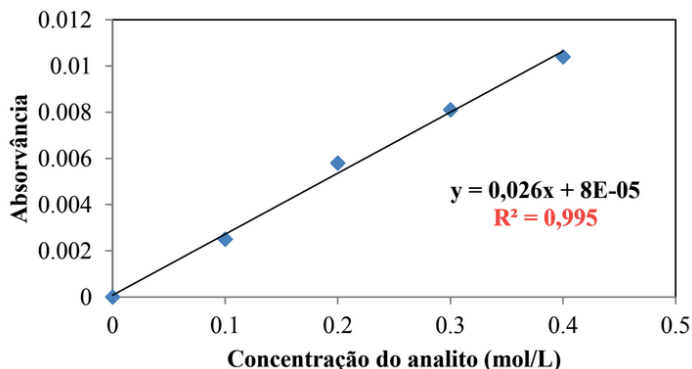
Inicialmente, verifica-se a absorbância das soluções cujas concentrações sejam conhecidas, conforme Tabela 6.

Tabela 6: Concentração x absorbância

X	Y
Concentração (mol/L)	Absorbância (A)
0,1	0,0025
0,2	0,0058
0,3	0,0081
0,4	0,0104

Fonte: O autor (2023).

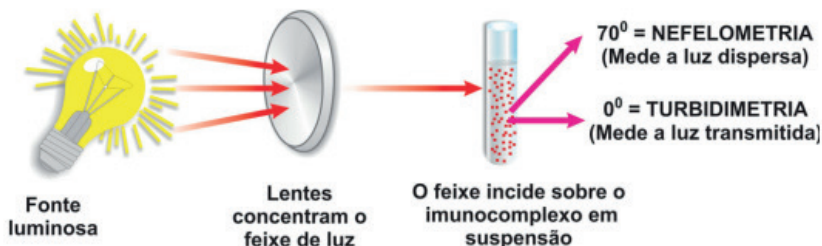
Podendo ser representado pelo gráfico da Figura 55.

Figura 55: curva de calibração do analito

Fonte: O autor (2023).

Logo, a inclinação da reta (a) é o coeficiente de extinção da Lei de Lambert-Beer. Observe o coeficiente de determinação (R^2), para que o mesmo seja satisfatório **deve possuir no mínimo dois nove após a vírgula (0,99...).** Além disso, uma curva de calibração deve possuir **no mínimo** cinco pontos e serem equidistantes (distâncias proporcionais). Os mesmos conceitos da Lei de Lambert-Beer serão tratados nas duas próximas técnicas espectroanalíticas (fotometria de chama e absorção/emissão atômica).

1.3.2 Turbidimetria

A turbidimetria é frequentemente, confundida ou tomada como sinônima de nefelometria. Entretanto, esta última consiste em uma técnica espectroscópica baseada na radiação espalhada por partículas suspensas em uma solução e detectada pela radiação espalhada em um ângulo de 90º do feixe de radiação incidente. Já a turbidimetria se baseia na medida da atenuação da radiação incidente (radiação transmitida) em função das partículas em suspensão com um detector localizado a 180º do incidente feixe (CABALLERO; ÁLVAREZ; SANTOS, 2014; LIMA JÚNIOR; ABREU, 2018; SANTOS et al., 2011), conforme apresentado na Figura 56.

Figura 56: Esquema do princípio físico da nefelometria e da turbidimetria

Fonte: Acervo do autor (2023).

Logo, a turbidimetria é uma técnica relacionada à colorimetria, capaz de medir a turbidez de uma amostra. O sinal d detecção é a absorbância e não a intensidade da luz dispersa, não necessitando de aparelhagem especial. As reações podem ser medidas um espectrofotômetro simples e a técnica é fácil execução, rápida, baixo custo e menor geração de resíduos potencialmente tóxicos. Entretanto, a técnica se limita a quantificação de substâncias que podem ser precipitadas e a concentração do analito determinada (CABALLERO; ÁLVAREZ; SANTOS, 2014; LIMA JÚNIOR; ABREU, 2018; MARROTA-OLIVEIRA; MARCHETTI, 2011; SANTOS et al., 2011), conforme representado na Figura 57.

Figura 57: Turbidimetro de bancada

Fonte: Acervo do autor (2023).

A turbidimetria possui aplicações em diferentes áreas do conhecimento, incluindo: ***i)*** detecção de contaminantes na escala traço; ***ii)*** quantificação de células presentes em certas soluções e na observação de culturas microbiológicas; ***iii)*** diagnóstico do tipo clínico; ***iv)*** estimativa de estruturas proteicas do tipo sérico; ***v)*** controle de qualidade da água para estimar a quantidade de partículas em suspensão em águas naturais; ***vi)*** estimação da quantidade de enxofre presente em diferentes matrizes (óleo, carvão e outras), entre outras aplicações (CABALLERO; ÁLVAREZ; SANTOS, 2014; LIMA JÚNIOR; ABREU, 2018; MARROTA-OLIVEIRA; MARCHETTI, 2011; SANTOS et al., 2011).

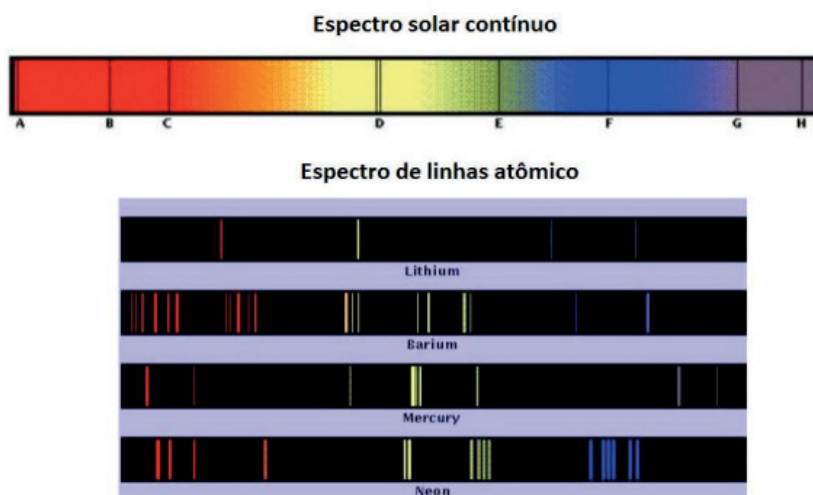
1.3.3 Espectroscopia de absorção/emissão atômica

Antes de introduzirmos o conceito e aplicação da Espectroscopia de Absorção Atômica (AAS), faz-se necessário retornar à contribuição que o cientista Niels Bohr (1882-1962) ofereceu para o melhor entendimento do átomo e que contribui para o atual modelo

atômico. Entre as ideias de Bohr, se 5º e 6º postulado que oferece uma grande contribuição para o entendimento dos métodos espectroscópicos (AMORIM et al., 2022; MESSEDER; SANTOS; CASTRO, 2019; SALA, 2007a,b).

- **5º postulado de Bohr:** alguns elementos, quando aquecidos, sofrem excitação térmica dos seus elétrons para níveis superiores de energia.
- **6º postulado de Bohr:** Quando os elétrons voltam aos níveis inferiores, emitem luz.

Logo, cada elemento apresenta um espectro de linhas que lhe é característico, conforme apresentado na Figura 58.

Figura 58: Representação do espectro solar e de linhas de alguns elementos atômicos

Fonte: Acervo do autor (2023).

Os conceitos apresentados por Bohr e representados no espectro solar e de alguns elementos químicos podem ser mais bem visualizados no princípio de shows pirotécnicos que ocorrem, principalmente, em festas de virada de ano em praticamente todos os municípios, conforme a Figura 59.

Figura 59: Show pirotécnico

Fonte: Acervo do autor (2023).

Em um laboratório, podemos observar tal fenômeno por meio de uma experimentação bem conhecida, denominada teste de chama que utiliza o bico de Bunsen, conforme Figura 60.

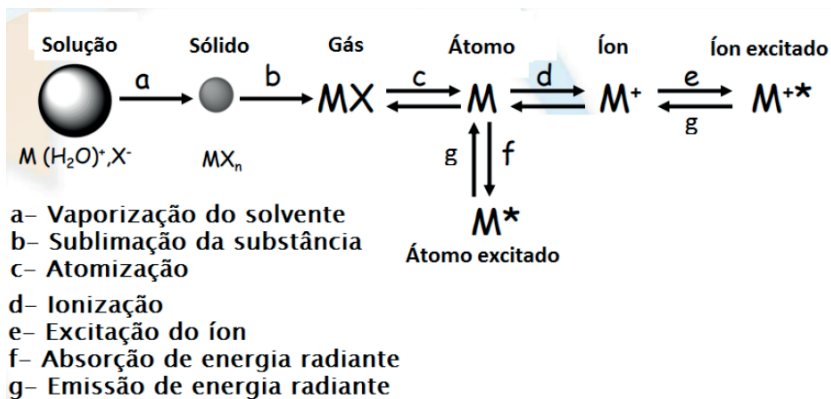
Figura 60: Teste de chama com materiais alternativos – da esquerda para a direita: tempero pronto (Na^+), casca de banana (K^+), graxa de lítio (Li^+), casca de ovo (Ca^{2+}) e adubo a base de sulfato de cobre (Cu^{2+}).

Fonte: Messeder, Santos e Castro (2019).

Observe que o Teste de Chama (Figura 60) confirma o princípio de um show pirotécnico e é explicado pelos postulados de Bohr. A técnica de **Espectroscopia de Absorção Atômica por Chama (FAAS)** consiste em submeter uma solução contendo um analito de interesse (íon metálico) sobre uma chama, forma-se um vapor que contém átomos do metal. Um grande número destes átomos pode absorver energia radiante proveniente de uma fonte de radiação de λ específico, que atravessa a chama. Desta maneira os átomos

são promovidos a um nível de energia excitado. Se a excitação é causada pela energia da própria chama e os átomos retornam a um estado energético inferior, denominando-se **Espectroscopia de Emissão Atômica por Chama (FAES)** (BARACHO et al., 2012; RANGEL; CELINO, 2013; RODRIGUES; SANTANA, 2008; SILVA; AMARANTE, 2019).

A seguinte sequência de fenômenos ocorre na chama, de forma rápida e sucessiva, a partir de uma solução com o analito de interesse a ser investigado, conforme a Figura 61.

Figura 61: Esquema de sequência que ocorre dentro de um espectrômetro de absorção/emissão atômica

Fonte: Acervo do autor (2023).

Tal esquema pode ser representado por um modelo de equipamento, conforme a Figura 62.

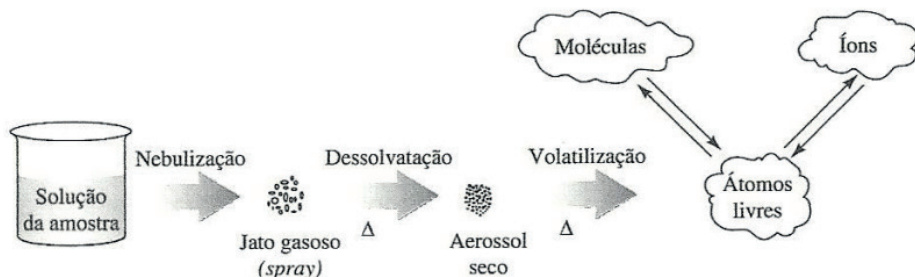
Figura 62: Modelo de um AAS comercializado nos tempos atuais

Fonte: Acervo do autor (2023).

Na AAS, a amostra que será analisada é decomposta em átomos por meio de uma chama, de um forno ou por meio de um plasma. A concentração atômica é determinada pela medida da absorção ou da emissão de um plasma. A concentração atômica é determinada pela medida da absorção ou da emissão de radiação em determinados comprimentos de onda, característicos dos elementos. A quantificação de analitos por AAS pode se iniciar em partes por milhão (μg/g) chegando a partes por trilhão (pg/g). Logo, se faz necessário abordar e compreender as partes internas de um AAS (AMORIM et al., 2022; LUCENA et al., 2012; NOMURA; SILVA; OLIVEIRA, 2008; PINTO et al., 2009).

1.3.4 Atomização por chama em AAS (FAAS)

A solução, contendo o analito de interesse (íons do metal), é introduzida numa chama (acetileno/ar). Nesta, os átomos do metal, em fase gasosa e no estado fundamental, são capazes de absorver energia radiante em um determinado comprimento de onda de ressonância. Logo, a quantidade de luz absorvida é proporcional ao número de átomos, no estado fundamental, presentes na chama (DALLAGO; SMANIOTTO; OLIVEIRA, 2005; GAMBALONGA et al., 2022), um esquema ilustrativo da atomização pode ser observada na Figura 63.

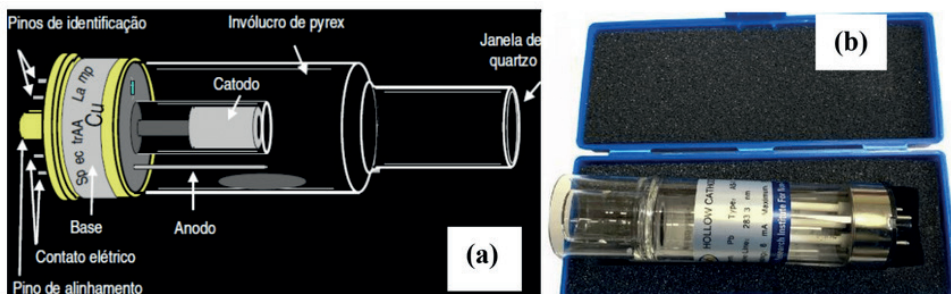
Figura 63: Esquema de uma atomização de uma solução com o analito de interesse

Fonte: Acervo do autor (2023).

A fim de que a atomização seja bem sucedida, algumas condições devem ser estabelecidas, entre as quais:

- O analito deve estar em solução;
- É necessário usar um volume mínimo de 0,5 a 1,0 mL de amostra para que a leitura seja confiável, quando se usa aspiração para o sistema de queima;
- Apenas de 5 a 15% da amostra nebulizada atinge a chama, ocorrendo, ainda, diluição posterior pelos gases combustível e oxidante, reduzindo muito a concentração do analito na chama;
- Amostras viscosas (óleos, sangue e outros) devem ser diluídas com um solvente antes da nebulização.

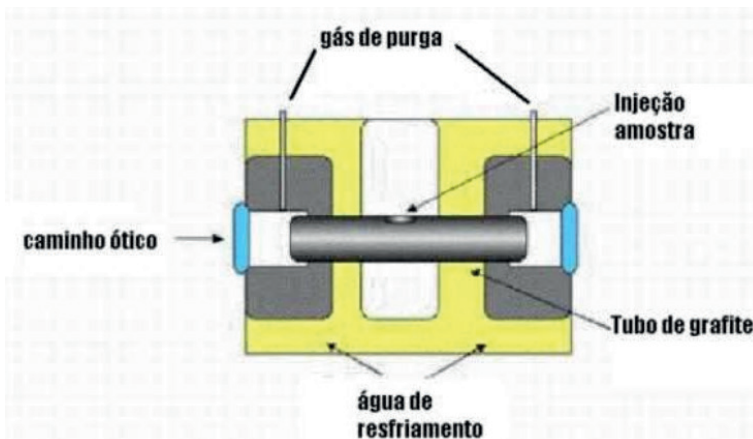
1.3.4.1 Fonte de radiação em FAAS

A fonte de radiação mais utilizada em AAS é a Lâmpada de Cátodo Oco (LCO) mostrada esquematicamente, na Figura 64. Esta consiste em um ânodo de tungstênio e de um cátodo cilíndrico selado em um tubo de vidro, contendo um gás inerte, como o argônio, a pressões de 1 a 5 torr. Algumas LCO apresentam um cátodo que contém mais de um elemento, que fornecem linhas espectrais para a determinação de diversas espécies. Logo, a LCO é considerada o evento mais importante na evolução da AAS. Além disso, pode ser utilizada em outras técnicas, tais como a espectrometria de emissão atômica e a fluorescência atômica (AMORIN et al., 2022; DALLAGO; SMANIOTTO; OLIVEIRA, 2005; MESSEDER; SANTOS; CASTRO, 2019).

Figura 64: (a) esquema de uma LCO e **(b)** LCO comercial e multi-elementar (cobre, prata, ouro, selênio, zinco, alumínio, cádmio, chumbo e cromo)

Fonte: Acervo do autor (2023).

1.3.4.2 Atomização em Forno de Grafite (GFAAS)

Ao se utilizar a ETAAS, que se baseia no uso de tubos ou bastões ocos de grafite eletricamente aquecidos, utiliza-se o método de atomização eletrotérmica. Tal método oferece maior sensibilidade em relação ao AAS e proporciona chamas com menor quantidade de amostra (1 a 100 μL). Os tubos de grafite (5 cm de comprimento e 1 cm de diâmetro). Podem ser reutilizadas para 100 ou 200 análises, conforme esquema representado pela Figura 65.

Figura 65: Esquema de um Forno de Grafite

Fonte: Acervo do autor (2023).

Dentro do Forno de Grafite, as etapas de aquecimento que levam a atomização, são: ***i)*** **secagem:** evaporação do solvente em temperatura relativamente baixa (cerca de 100 ºC); ***ii)*** **pirólise:** calcinação da matéria orgânica, entre 300 e 1220 ºC; ***iii)*** **atomização:** ocorre após a pirólise, aumentando-se rapidamente a temperatura até 2000 a 3000 ºC, o que vaporiza e atomiza a amostra

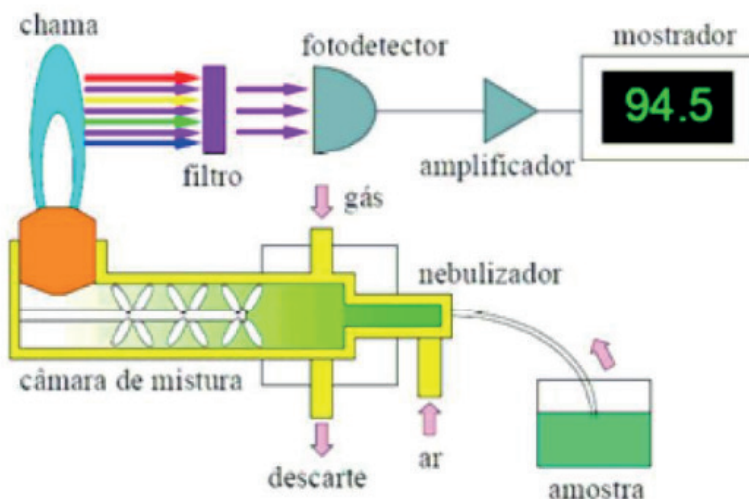
1.3.4.3 Sistema de injeção de amostra

O FAAS se constitui em uma técnica analítica amplamente utilizada em função da simplicidade, seletividade e robustez, porém, apresenta sensibilidade limitada para vários elementos, decorrente da baixa eficiência do processo de nebulização da amostra, no qual apenas uma pequena quantidade da amostra aspirada (5 a 10%) atinge a chama. A fim de contornar esta limitação, muitos métodos de pré-concentração do analito podem ser utilizados, mas há na literatura inúmeras propostas que objetivam melhorar o processo de nebulização, com o intuito de aumentar a eficiência da técnica, entre os quais: ***i)*** **tubos de quartzo;** ***ii)*** **geração de hidretos e;** ***iii)*** **análise em fluxo (FIA)** que serão apresentadas e discutidas brevemente em aula.

1.3.5 Fotometria de chama

A fotometria de chama (FC) é a mais simples das técnicas analíticas baseadas em espectroscopia atômica. Nela, a amostra contendo cátions metálicos é inserida em uma chama e analisada pela quantidade de radiação emitida pelas espécies atômicas ou iônicas excitadas. Os elementos, ao receberem energia de uma chama, geram espécies excitadas que, ao retornarem para o estado fundamental, liberam parte da energia recebida na forma de radiação, em comprimentos de onda característicos para cada elemento químico.

O princípio de funcionamento da FC é à base da espectrometria de emissão atômica atual, sendo bastante utilizada para quantificação de metais alcalinos e alcalinos terrosos em amostras diversas (solubilizadas em água ou solventes orgânicos). Em geral o FC é dedicado a quantificação de Na, K, Li e Ca em amostras biológicas, tais como o soro sanguíneo, urina e outros fluídos biológicos. Para quantificação de outros elementos, a FC vem sendo substituída por outros métodos de emissão atômica com fonte de plasma. O princípio de funcionamento de um FC, pode ser representado pela ilustração da Figura 66.

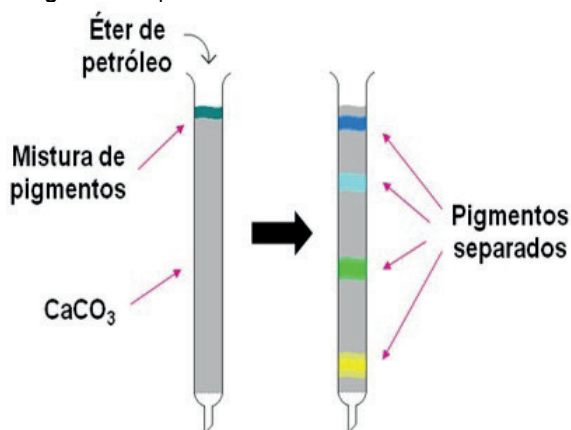
Figura 66: Ilustração do funcionamento de um Fotômetro de Chama

Fonte: Acervo do autor (2023).

Entre as vantagens da FC, pode-se citar: ***i)*** técnica bastante conhecida; ***ii)*** os custos de manutenção e de análise são baixos; ***iii)*** pode ser utilizada na análise de muitos fluidos biológicos. Entretanto, a amostra líquida necessita dos analitos em elevada concentração.

Os fundamentos e a diversidade de técnicas espectroanalíticas, não se limitam ao que foi apresentado e discutido no capítulo, mas lhe possibilitará a busca pelo conhecimento e o aprofundamento, se necessário, para o seu pleno desenvolvimento profissional.

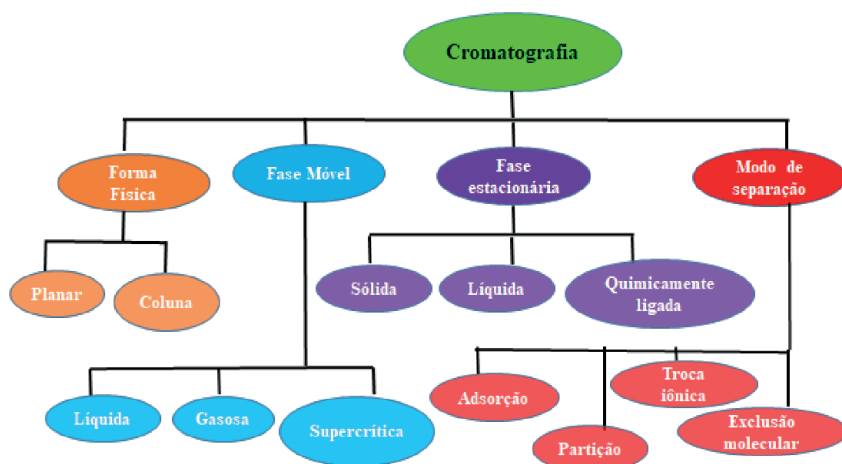
1.4 Cromatografia

A palavra cromatografia é de origem grega (*kromatos* – cor; *graphos* – escrita) e foi usada pela primeira vez em 1906, pelo botânico russo Michael Tswett, para descrever a separação de pigmentos de plantas em zonas de cores distintas. Tswett em seus experimentos, utilizou uma coluna empacotada com $CaCO_3$ finamente dividida (fase estacionária) para separar pigmentos de folhas por meio da passagem de éter de petróleo (fase móvel) (COLLINS, 2009; DEGANI;CASSIS; VIEIRA, 1998)obtendo-se as imagens da Figura 67.

Figura 67: Experimento de Mikhael Semenovich Tswett

Fonte: Acervo do autor (2023).

A separação dos componentes pode ser verificada por meio de faixas coloridas na coluna. Atualmente, o método aplica-se também a substâncias incolores, porém o nome original foi mantido.

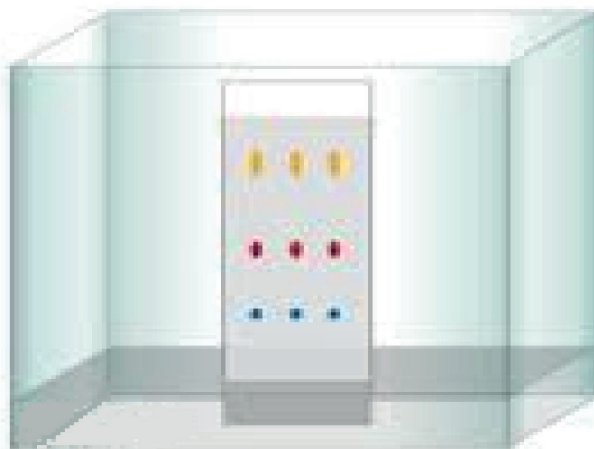
A Cromatografia se constitui em um método físico-químico de separação na qual os compostos presentes em uma mistura são distribuídos entre uma fase estacionaria (fase fixa onde a substância que está sendo separada ou identificada fixando-se na superfície de outro material). Logo, a separação ocorre em função dos componentes possuírem diferentes forças intermoleculares, com a fase móvel e estacionária se deslocando em diferentes forças intermoleculares. Os métodos cromatográficos podem ser divididos em diversas categorias de separação (CARDOSO et al., 2021; COLLINS, 2009; GANDOLFI et al., 2020), conforme apresentado no fluxograma da Figura 68.

Figura 68: Fluxograma de classificação das diferentes técnicas cromatográficas

Fonte: Acervo do autor (2023).

Em função da diversidade das técnicas cromatográficas, a cromatografia é uma técnica utilizada para a análise, identificação e separação dos componentes de uma mistura. É definida pela separação dos componentes da uma dada mistura baseada na interação dos mesmos com a fase estacionária e com a fase móvel. Dependendo da natureza dessas fases, têm-se diversas cromatografias: ***i)*** sólido-líquido (coluna, camada fina ou delgada, papel); ***ii)*** líquido-líquido (CLAE – cromatografia líquida de alta eficiência); ***iii)*** gás-líquido (CG – cromatografia gasosa) (COLLINS, 2009; DEGANI; CASS; VIEIRA, 1998; TOLENTINO JÚNIOR et al., 2021).

1.4.1 Cromatografia em Camada Delgada (CCD)

A CCD se constitui em um dos métodos de separação físico-químicos mais utilizados em misturas, sendo relativamente fácil de manusear e de resposta rápida. **É uma técnica simples, barata e eficiente na análise qualitativa da composição de uma mistura. Pode ser usada também para acompanhar o curso de uma reação química e determinar a pureza de um dado composto.** Na CCD (Figura 69), o eluente (fase móvel líquida) elui (deslocar para cima) por uma camada fina de sílica-gel (fase estacionária adsorvente), por exemplo, estendida sobre um suporte. Ao fazer um "spot" (aplicação da amostra) na base da placa, a mesma é colocada verticalmente em uma cuba cromatográfica (recipiente fechado) contendo o eluente, sendo esse uma quantidade de um determinado solvente ou mistura de solventes. À medida que a placa cromatográfica é eluida, a amostra é "arrastada" pela fase móvel sobre a fase estacionária. Durante este processo, os diversos componentes da mistura serão separados de acordo com suas propriedades de solubilidade e adsorção. Cada "mancha" que aparecer na placa corresponde a um componente presente na mistura original, conforme apresentado na Figura 69.

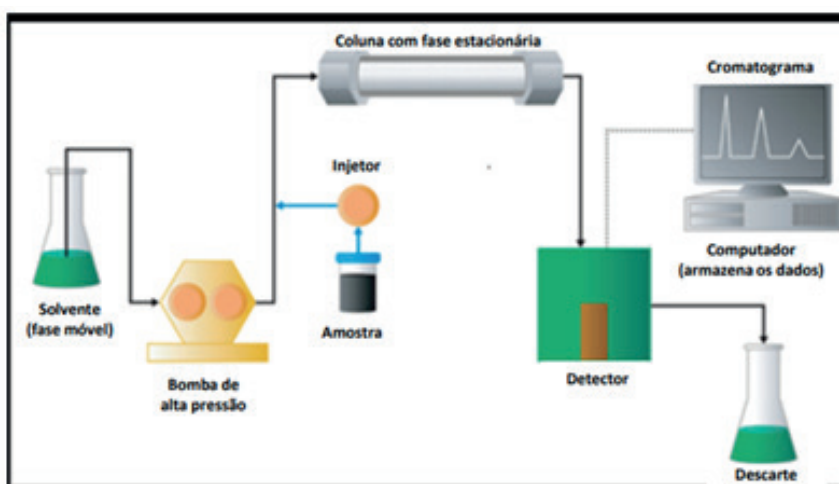
Figura 69: Separação em CCD

Fonte: Acervo do autor (2023)

A CCD é uma cromatografia de adsorção, na qual o adsorvente é polar (ex.: sílica ou alumina), tendo maior afinidade por substâncias polares. Logo, as apolares (ex.: hidrocarbonetos – possuem apenas C e H) não terão afinidade pelo adsorvente e não serão retidas, deslocando-se com a fase móvel. Já as substâncias polares (ex.: substâncias aromáticas – possuem oxigênio na molécula) serão retidas pela fase estacionária (adsorvente) polar, não se deslocando.

Em função da CCD ser bastante utilizada para fins qualitativos, o intuito de apresentá-la se fez necessário em função de introduzir o tema do capítulo e realizar um resgate histórico da Cromatografia. Logo, nos próximos tópicos, será dado ênfase a Cromatografia Líquida e Gasosa e todos os fatores que influenciam tais técnicas.

1.4.2 Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC)

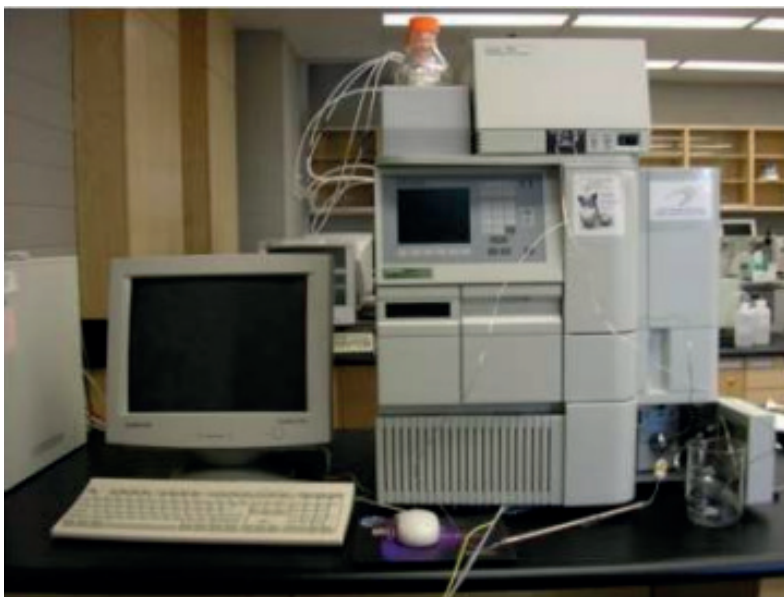
Na cromatografia líquida, a fase estacionária é constituída de partículas sólidas empacotadas em uma coluna, que será percorrida por uma fase móvel líquida, tendo seu princípio originário nos experimentos de Mikhail Tswett, com a diferença de que a coluna se encontra dentro de uma estrutura metálica em função da alta pressão a qual foi submetida para construí-la e utilizá-la em equipamentos modernos. A CLAE (HPLC) apresenta a **vantagem** de realização de análise de várias amostras em pouco tempo, mas possui **desvantagem** se encontram na aquisição do equipamento, peças de reposição e manutenção de custo elevado (COLLINS, 2009; SILVA; COLLINS, 2011; JESUS; SOUZA; JERALDO, 2022). Um HPLC possui inúmeros componentes em seu interior, sendo os principais apresentados na Figura 70.

Figura 70: Esquema com os principais componentes de um HPLC

Fonte: Acervo do autor (2023).

Os principais componentes de um HPLC são:

- **Reservatório de fase móvel:** Garrafas com solventes utilizados para "transportar" a amostra;
- **Injetor:** Dispositivo que permite a introdução da amostra no sistema;
- **Bomba:** Responsável por movimentar a fase móvel e a amostra por todo o sistema;
- **Coluna cromatográfica:** É um dispositivo preenchido com fase estacionária;
- **Detector:** Responsável por identificar os tempos de retenção das substâncias analisadas.

Os mesmos componentes da Figura 70 podem ser visualizados em um equipamento real, conforme a Figura 71.

Figura 71: Modelo de HPLC utilizado em rotina de laboratório

Fonte: Acervo do autor (2023).

A fim de se buscar um melhor entendimento dos diferentes componentes de um HPLC, serão apresentadas imagens de componentes de um HPLC real nas próximas Figuras.

Figura 72: Solventes utilizados em HPLC

Fonte: Acervo do autor (2023).

Entre os principais solventes utilizados como fase móvel, se encontram a água, o metanol, a acetonitrila entre outros. No entanto inúmeros esforços vêm sendo realizados com o intuito de abolir o uso da acetonitrila, em função do alto custo e da toxicidade da mesma. A escolha da fase móvel mais adequada, bem como a proporção dos solventes está diretamente direcionada a compatibilidade do detector empregado e a polaridade a ser utilizada que possibilite a separação dos componentes da amostra.

Solventes que já foram abertos a um determinado tempo, tendem a gerar bolhas no sistema cromatográfico, inviabilizando o seu uso. Diante disso, os solventes precisam passar por um processo de filtração em membranas com diâmetros de 0,46 μm e um processo conhecido com desgaseificação, conforme apresentado na Figura 73.

Figura 73: Sistema para desgaseificação de solventes utilizados em HPLC

Fonte: Acervo do autor (2023).

A desgaseificação promoverá a retira de gases presentes nos solventes, a fim de evitar o processo de cavitação, que pode ocasionar danos à bomba e picos falsos. Além disso, se conhece inúmeras técnicas de desgaseificação, tais como: ***i)*** aquecimento com agitação; ***ii)*** borbulhamento de gás hélio; ***iii)*** ultrassom e ***iv)*** vácuo.

A bomba é responsável pelo bombeamento da Fase Móvel que é realizada por uma bomba controlada por um microprocessador, a qual pode alterar a velocidade de sucção (para evitar a vaporização da fase móvel mais volátil) e a vazão (importante quando a análise é realizada com Gradiente de Polaridade, cujo caso há necessidade de uma segunda bomba).

As colunas empregadas em HPLC são retas, com comprimento que não ultrapassa 30 cm. As colunas são reaproveitadas, sendo empacotadas com suportes de alta resolução, não sendo necessária sua regeneração após cada separação, conforme a Figura 74.

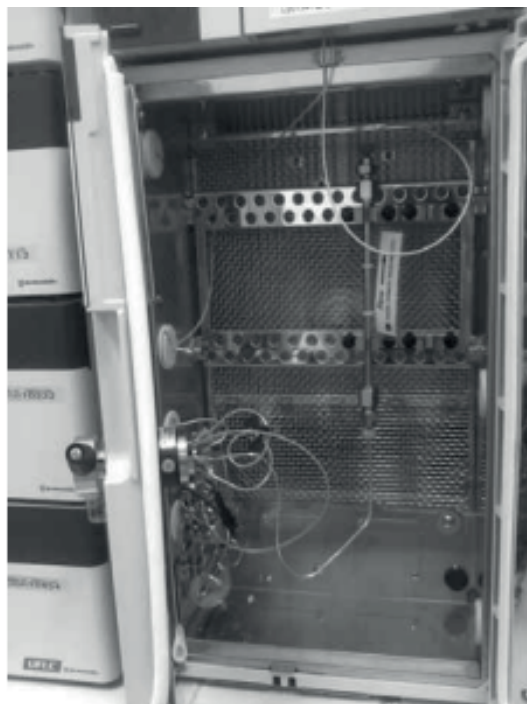
Figura 74: exemplo de uma coluna cromatográfica

Fonte: Acervo do autor (2023).

É importante ressaltar certos cuidados ao se colocar a coluna dentro do HPLC, entre os quais:

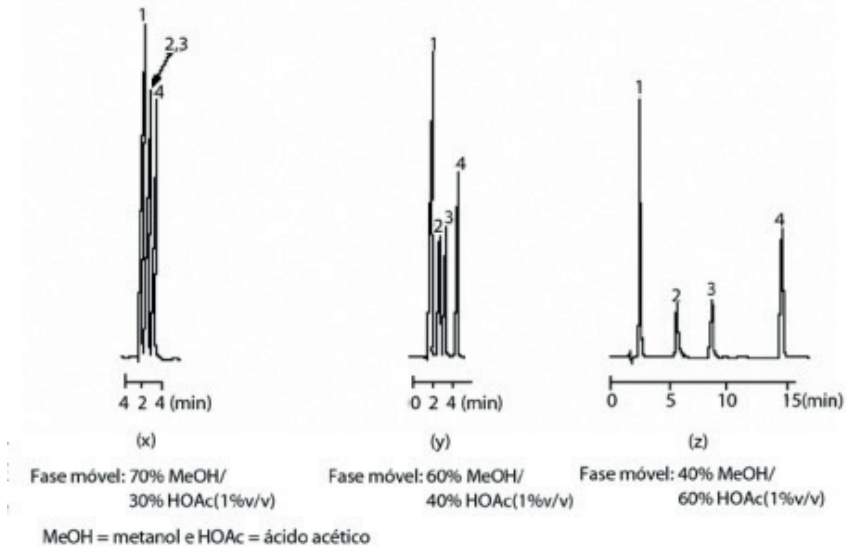
- **Observar o sinal de sentido da coluna**: sempre colocando de baixo para cima, visto que a inversão do sentido poderá contribuir para o desgaste na coluna e avarias no equipamento. Caso não exista uma sinalização, o usuário deverá realizar esta identificação;
- **Rosqueamento na instalação da coluna:** é muito comum ocorrer à quebra do encaixe da coluna na rosca do equipamento. Isto ocorrer em função da força empregada pelo usuário do equipamento. O ponto ideal de torção é aquele em que não se pode enroscar mais, mas que não fique no ponto de causar dificuldade ao retirar a coluna. Ao colocar a coluna e iniciar a **purga** (passagem do solvente durante determinado tempo, a fim de se limpar os canais do HPLC e evitar o processo de cavitação);

- **Retirada e guarda da coluna:** procedimento indicado em laboratórios que possuem muitos usuários e trabalham com substâncias químicas diferentes ou que possuem diferentes colunas a serem utilizadas no equipamento. Caso o laboratório trabalhe, rotineiramente com os mesmos compostos, não há a necessidade de se retirar a coluna, devendo mantê-la dentro do equipamento.

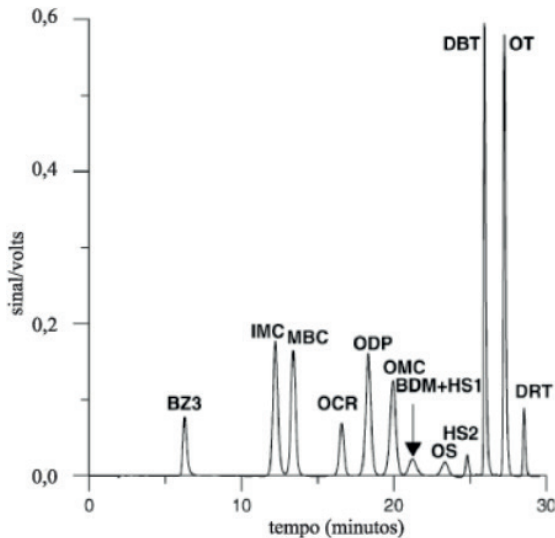
Figura 75: Local de instalação da coluna no HPLC

Fonte: Acervo do autor (2023)

Os detectores são dispositivos utilizados para examinar, continuamente, o material eluído, que gera um sinal quando da passagem de substâncias que não são gás de arraste. Dentre os detectores mais utilizados em HPLC, se encontram: o ultravioleta, fluorescência, índice de refração, eletroquímicos, espectrometria de massas entre outros. Recentemente, inúmeras técnicas analíticas vêm sendo combinadas (hifenadas), tais como HPLC acoplado a espectroscopia de absorção atômica, a fim de se quantificar metais associados a compostos orgânicos.

Os sistemas de aquisição de dados empregados para HPLC se estendem a Cromatografia Gasosa (CG), sendo registradores, integradores ou microcomputadores que se traduzem em um pico, denominado cromatograma (Figura 76).

Figura 76: Separação de substâncias variando a concentração de metanol e ácido acético

Fonte: Acervo do autor (2023).

Outro exemplo de aplicação de resultados obtidos por intermédio do uso de HPLC consiste na identificação simultânea de onze compostos presentes em filtros solares lipossolúveis utilizando etanol como Fase Móvel (FM), conforme Figura 77.

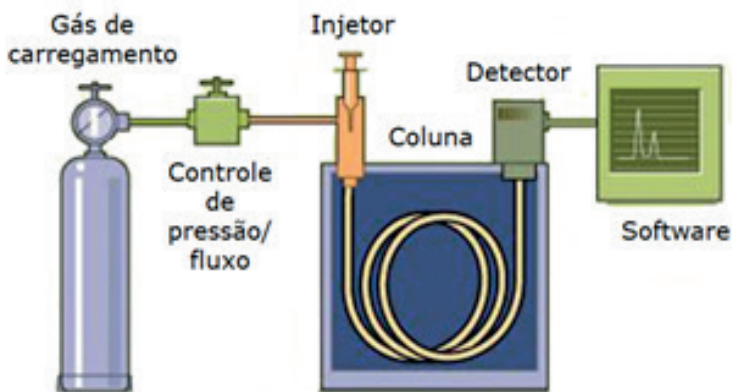
Figura 77: Cromatograma de compostos presentes em filtros solares

Fonte: Acervo do autor (2023).

Legenda: Benzofenona-3 (**BZ3);** Isoamilmetoxicianamato**(IMC)**; 4-Metilbenzilidenocamfora **(MBC);** Octocrileno **(OCR);** OctildimentilPABA **(ODP)**; Octilmetoxicinamato **(OMC);** Butilimetoxi-dibenzoilmetano (**BDM);** Homosalato **(HS)** onde HS1 e HS2 são isômeros; Octilsalicilato **(OS);** Dietil-hexilbutamidotriazina **(DBT);**Octiltriazina **(OT)**; Dronetizoltrissiloxano **(DRT).**

Em função da diversidade dos detectores e a capacidade de realizar detecções simultâneas, a HPLC possui inúmeras aplicações em diferentes áreas, a saber: ***i)*** forenses; ***ii)*** ambiental; ***iii)*** substâncias químicas; ***iv)*** farmacêuticas; ***v)*** alimentícias; análises clinicas dentre outras (COSTA et al., 2020; GANDOLFI et al., 2020; JESUS; SOUZA; JERALDO, 2022; SILVA; COLIINS, 2011).

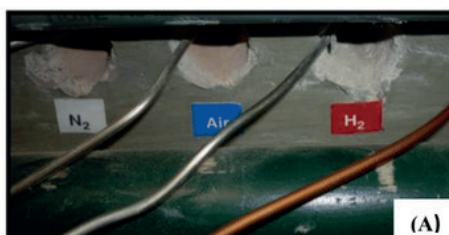
1.4.3 Cromatografia Gasosa

O principal mecanismo de separação da Cromatografia Gasosa (CG) se fundamenta na partição dos componentes de uma amostra entre a fase móvel gasosa e a fase estacionária líquida. Na CG empregam-se colunas bem mais longas que aquelas usadas em HPLC. Os princípios e métodos em CG são os mesmos já descritos para HPLC e apresenta um alto valor de resolução, podendo alcançar limites de detecção na escala de nano e picogramas (10^{-9} a 10^{-12}g), alto poder de resolução (análise de muitos componentes de uma única amostra) e elevada sensibilidade (10^{-12} g) (GOMES et al., 2019; MOREIRA; TRUGO; MARIA,1997; SILVA; ZINI; CARAMÃO, 2011). Entretanto, apresenta uma limitação em relação à necessidade da amostra ser volátil, estável termicamente e com ponto de ebulição inferior a 300ºC. O esquema de um CG é apresentado na Figura 78.

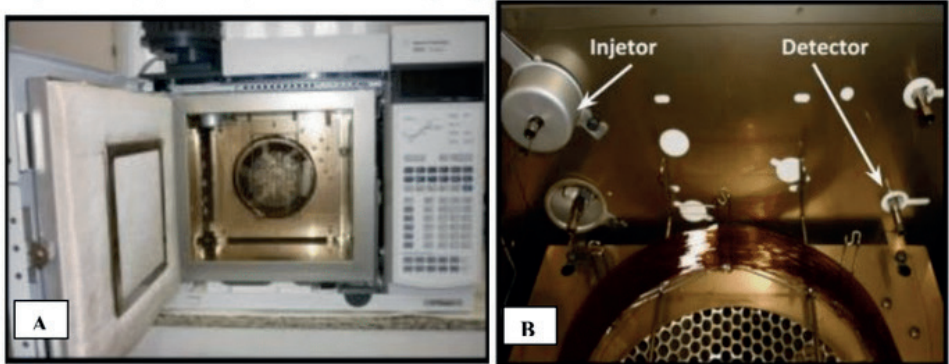
Figura 78: Esquema representativo de um CG

Fonte: Acervo do autor (2023).

A CG possui aplicações em diferentes segmentos, entre os quais: indústrias químicas, farmacêuticas, alimentos, cosméticos, refinarias de petróleo, petroquímicas, laboratórios de análises clínicas e ambiental, forense entre outras, frequentemente é necessário separar, isolar, purificar, identificar e quantificar os componentes de misturas muitas vezes bastante complexas. Os componentes que se diferenciam em relação à CLAE são:

- **Gás de carregamento:** O gás de arraste fica contido em cilindros sob pressão. O parâmetro mais importante para escolha do gás é a sua compatibilidade com o detector. Os gases mais empregados são H_2, He e N_2 (Figura 79) e a vazão do gás de arraste, que deve ser controlada, é constante durante a análise. Além disso, os gases precisam ser inertes (não reagir com a amostra) e puros (isento de impurezas que possam degradar a fase estacionária).

Figura 79: (a) Tubos e conexões de aço inox e cobre **(b)** cilindro dos gases empregados em CG

Fonte: Acervo do autor (2023).

- **Sistema de injeção de amostra:** A introdução da amostra é feita no injetor (vaporizador). Na versão mais simples, trata-se de um bloco de metal conectado à coluna cromatográfica e à alimentação de gás de arraste. Este bloco de metal conectado à coluna cromatográfica e à alimentação de gás de arraste. O injetor deve estar aquecido a uma temperatura acima do ponto de ebulição dos componentes da amostra, para que a amostra se volatilize completa e instantaneamente e seja carregada para a coluna. Se a temperatura for excessivamente alta, pode ocorrer decomposição de amostra (FRANCO, et al., 2021; MENDES; BARROS; AGUIAR, 2021; OLIVEIRA et al., 2013).
- **Forno:** é utilizado para aquecer e controlar a temperatura durante a separação. Além disso, precisa ser robusto e apresentar sensibilidade a fim de manter a temperatura programada e permitir um rápido aquecimento e resfriamento (NASCIMENTO et al., 2018). A Figura 80 apresenta um exemplo de forno de CG

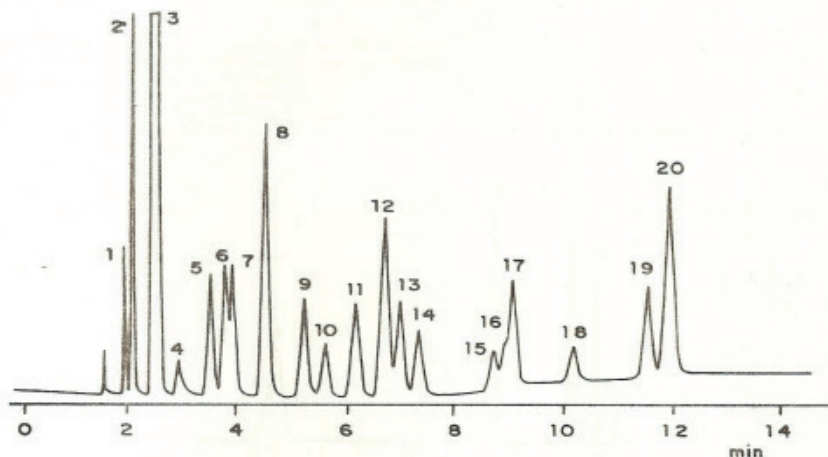
Figura 80:(a) exemplo de forno empregado em CG, (b) encaixe da coluna

Fonte: Acervo do autor (2023).

Os mesmos componentes apresentados na Figura 80 podem ser representados a partir de um equipamento real, conforme a Figura 81.

Figura 81: Exemplo de um CG acoplado a Espectrometria de Massas (MS)

Fonte: Acervo do autor (2023).

Um exemplo de aplicação de CG ocorre na identificação de solventes dispersos no ar atmosférico, conforme Figura 82.

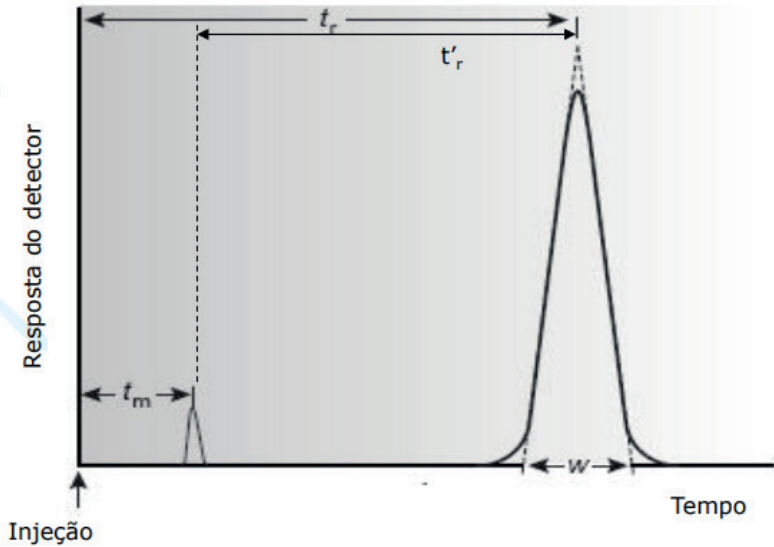
Figura 82: Separação cromatográfica de traços de solventes no ar

Fonte: Acervo do autor (2023).

Legenda: éter etílico **(1);** Isooctano**(2);** Dissulfeto de carbono **(3);** acetona **(4);**5 – tetraclorometano e 1,1,1-tricloroetano **(5);** 2-butanona **(6);** diclorometano **(7);** benzeno **(8);** tricloroetileno **(9);** clorofórmio **(10);**tetracloroetileno**(11);** tolueno **(12);** 1,2 – dicloroetano **(13);** dioxano**(14);**etilbenzeno**(15);**p-xileno **(16);** m-xileno **(17);** o-xileno **(18);** 1,1,2-tricloroetano **(19);** estireno **(20).**

Frente aos exemplos, pode-se concluir que a CG se constitui em uma excelente técnica de separação e quantificação de analitos de interesse em alguns minutos. Entretanto, na maioria das vezes, existe há necessidade de etapas de preparação da amostra, antes que ela possa ser analisada, para que não haja interferências durante a análise e contaminação da coluna cromatográfica (NASCIMENTO et al., 2018; PEREIRA; NETO, 2000).

1.4.3.2 Termos comuns em HPLC e CG

a) Cromatograma: gráfico que mostra a resposta do detector em função do tempo de eluição, na qual cada Pico corresponde a uma substância diferente que sai eluída da coluna, conforme a Figura 83.

Figura 83: exemplo de cromatograma com os picos

Fonte: Acervo do autor (2023).

Observe no cromatograma as variáveis $\mathbf{t_m}$, $\mathbf{t_r}$ e $\mathbf{t'_r}$ que serão apresentadas e discutidas abaixo.

b) $\mathbf{t_m}$ é a expressão de tempo morto, que significa o tempo mínimo possível para a Fase Móvel (FM) possa eluir o soluto dissolvido na coluna.

c) $\mathbf{t_r}$ é a expressão de tempo de retenção, que consiste no tempo necessário para que cada componente da mistura possa passar pela coluna e alcançar o detector.

d) $\mathbf{t'_r}$ significa o tempo de retenção ajustado, que corresponde ao tempo adicional necessário para que o soluto possa percorrer o comprimento da coluna, além do tempo utilizado pelo solvente não-retido.

e) k' significa Fator capacidade definido para cada pico no cromatograma e pode ser expresso pela Equação 8.

$$k' = \frac{tr - tm}{tm} = \frac{t'r}{tm} \qquad \text{Eq. 8}$$

Quanto maior a retenção do analito, maior é o seu k' e deve ser medido de forma periódica para avaliação da degradação da coluna.

f) α significa retenção relativa para qualquer um dos componentes 1 e 2, é a razão dos seus tempos de retenção ajustados, podendo ser expresso pela Equação 9.

$$\propto = \frac{t'r2}{t'r1} = \frac{tr2-tm}{t'r1-tm} = \frac{k\prime 2}{k\prime 1} \qquad \text{Eq. 9}$$

Onde: $t'_{r2} > t'_{r1}$, logo, $\alpha > 1$

PRATICANDO

1- Em uma análise cromatográfica de ácido de baixo peso molecular, o ácido butírico elui com um tempo de retenção (t_r) de 7,63 min. O tempo de retenção da fase móvel (t_m) é 0,31 min. Calcule o fator de capacidade (k') do ácido butírico.

2- Na mesma análise cromatográfica para ácidos de baixo peso molecular do exemplo anterior, o tempo de retenção para o ácido isobutírico é 5,98 min. Qual a retenção relativa (α) para o ácido butírico e isobutírico?

1.4.3.3 Parâmetros quantitativos que influenciam na separação em HPLC e CG

A eficiência de uma separação está relacionada, dentre diversos fatores, à qualidade da coluna cromatográfica que se correlaciona aos princípios da destilação fracionada. Considera-se que em uma coluna cromatográfica, a mesma seja dividida em seções discretas onde o soluto se encontra com a FM e a Fase Estacionária (FE). Estas seções discretas são denominadas de **Pratos Teóricos (N)**. A retenção de um determinado composto em uma dada coluna pode ser discreta pelo número de Etapas de Equilíbrio entre a injeção e a eluição. Logo, quanto maior o número de N, melhor é a separação, e mais estreita será a banda quando o composto emergir.

Outros parâmetros são avaliados, a fim de se mensurar a eficiência de separação na coluna cromatográfica. Informações e detalhes podem ser obtidos, por meio da leitura complementar das referências presentes neste trabalho e/ou materiais complementares. A cromatografia não se resume ao que foi apresentado, mas tão somente objetiva oferecer um breve conhecimento sobre esta técnica de separação que se constitui em um dos métodos instrumentais mais utilizados na atualidade. No próximo capítulo, iremos apresentar e discutir os métodos espectroanalíticos que utilizam a medição da luz absorvida e transmitida como um sinal analítico.

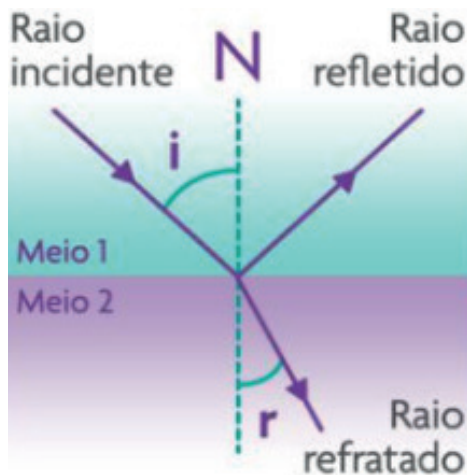
1.5 Refratometria

Consiste em um método de determinação do índice de refração (IR) de uma substância com o intuito de avaliar sua composição, sendo dependente da temperatura e característico de cada substância em particular. Logo, se exige certo cuidado a fim de compensar as diferenças nas temperaturas da amostra. Em geral, o IR é relatado para temperaturas de 20ºC. As determinações são realizadas por meio da medição do IR de uma solução, sendo uma característica óptica de uma substância e do número de partículas dissolvidas na amostra de interesse (CALDAS et al., 2015; CANO; FELSNER; BRUNS, 2007; SANTOS; SAMUELSSON, 2022).

Diante disso, o IR é definido como a razão entre a velocidade da luz no espaço vazio e a que atravessa uma substância. Como resultado, a luz irá se desviar ou mudar sua direção, ao passar por uma determinada substância determinando a **Refração**. A luz ao passar por um material de alto ou baixo IR, existe um ângulo crítico no qual um feixe de luz incidente não pode mais refratar, mas poderá ser refletido na interface. Logo, o ângulo crítico pode ser calculado pela seguinte Equação 10.

$$sen\,(q) = \frac{n2}{n1} \qquad \text{Eq.10}$$

Onde $\mathbf{n_2}$ é o índice de refração do meio de densidade mais baixo e $\mathbf{n_1}$ é o índice de refração do meio de densidade mais alto. O princípio de funcionamento de refratômetro é apresentado na ilustração da Figura 84.

Figura 84: Ilustração do princípio de funcionamento de um refratômetro

Fonte: Acervo do autor (2023).

Atualmente, existem modelos de refratômetro específicos para determinadas análises, em função da demanda entre as quais: ***i)*** açúcar em vinhos; ***ii***) açúcar na indústria alimentícia; ***iii)*** água de mar; ***iv)*** etilenoglicol e propilenoglicol; ***v)*** cerveja entre outros. Entretanto, existem dois modelos principais bastante utilizados, conforme a Figura 85.

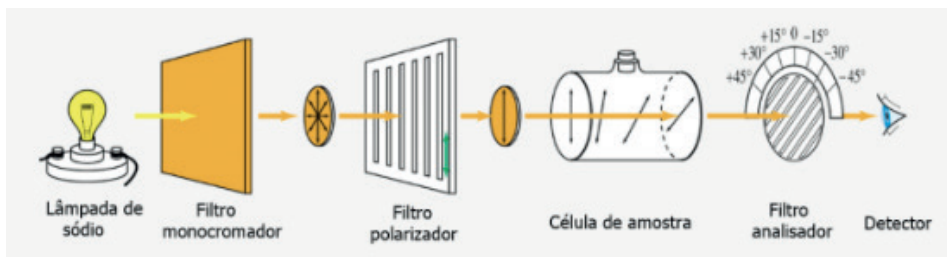
Figura 85: Refratômetro **(a)** digital de bancada, (b) tipo ABBE de bancada.

Fonte: Acervo do autor (2023).

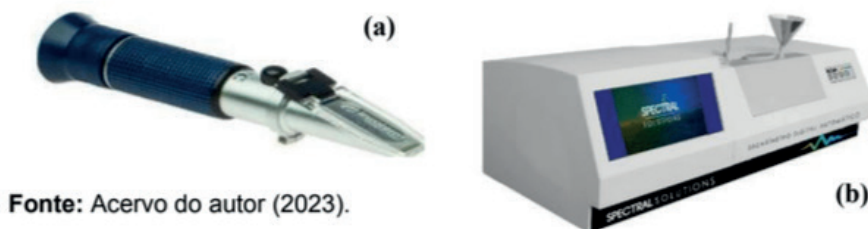
A determinação ocorre pela determinação de BRIX (sólidos solúveis por cento de caldo), que consiste em uma escala numérica que mede a quantidade de sólidos solúveis em uma solução de sacarose. Logo, se uma solução apresenta 25ºBx significa que a mesma possui 25 gramas de açúcar da sacarose em 100 gramas de líquido (CALDAS et al., 2015; CANO; FELSNER; BRUNS, 2007; SANTOS; SAMUELSSON, 2022). Outro parâmetro analisado se constitui na sacarimetria, que será apresentado em seguida.

1.6 Polarimetria

A polarização é uma propriedade das ondas eletromagnéticas e consiste na medida da variação do vetor do campo elétrico dessas ondas com o decorrer do tempo. Logo, a Polarimetria é a área da ciência que se ocupa em estudar e medir a polarização da luz, cuja manifestação mais simples consiste na visualização de uma onda plana, na qual as direções dos campos magnéticos e elétricos estão perpendiculares à direção de propagação, conforme esquema apresentado na Figura 86.

Figura 86: Esquema de funcionamento de um Polarímetro

Fonte: Acervo do autor (2023).

No setor sucroalcooleiro faz-se a utilização de um polarímetro denominado sacarímetro que pode ser encontrado em diferentes modelos, entre os quais os apresentados pela Figura 87.

Figura 87: sacarímetro (a) digital/portátil, (b) analógico de bancada

Fonte: Acervo do autor (2023).

O Sacarímetro de Brix é um instrumento destinado a medir o teor de açúcar em solução, determinar o percentual da sacarose na água. Outra aplicação é na análise do caldo de cana que será expresso em POL (porcentagem em massa de sacarose aparente em solução), em função das inúmeras impurezas que podem estar presente no caldo de cana e interferir na leitura. Logo, o monitoramento da POL é um indicativo que demonstra sob condições especificas quando ocorre a inversão de sacarose, que reduz o valor de POL e aumenta o valor de açúcares redutores (AR).

Durante a disciplina, serão apresentadas e discutidas com maiores detalhes estas e outras técnicas que se complementam. Além disso, cabe a você aluno (a) buscar a literatura o aprofundamento e conhecimento de outras técnicas, caso se faça necessário durante o seu desenvolvimento profissional. As técnicas analíticas apresentadas e discutidas ao longo deste material se constituem em alguns exemplos dentro de um contexto mais amplo denominado Análise Instrumental.

ARMAZENAMENTO E DESCARTE DE RESÍDUOS DE LABORATÓRIO

1. INTRODUÇÃO

A sinalização de segurança se constitui em uma importante fonte de informação em relação aos riscos ao se manipular os produtos químicos utilizados em laboratórios. Em função dos pequenos espaços destinados tanto ao armazenamento de produtos químicos, quanto a estocagem de resíduos a fim de uma destinação (incineração) correta, faz- se necessário compreender a simbologia dos pictogramas e do diamante de Hommel, conforme será apresentado e discutido posteriormente (MACHADO; SALVADOR, 2005; MEIRA et al., 2010; NOLASCO; TAVARES; BENDASSOLLI, 2006).

1.1 Pictogramas e a sinalização de segurança

Um laboratório químico ou de natureza semelhante é um ambiente potencialmente perigoso para quem não sabe interpretar os símbolos de alerta presentes em frascos de reagentes. A maioria dos acidentes é proveniente do desconhecimento das regras básicas, mas a partir deste capítulo será apresentado um dos símbolos mais utilizados para identificar a natureza do risco proveniente da própria substância a ser manipulada e/ou estocada que são os Pictogramas. Estes se constituem em símbolos gráficos que identificam determinadas características das substâncias químicas. A simbologia adotada nos pictogramas, na grande maioria das vezes, faz alusão ao principal risco que determinada substância pode conferir a quem manipula ou ao meio ambiente, se descartado incorretamente.

Em nosso cotidiano, nos deparamos com inúmeras placas de segurança: caminhões com carga, locais de revenda de gás de cozinha (GLP), locais em obras, postos de combustíveis, supermercados, lugares energizados, produtos de limpeza entre tantos outros. A Figura 88 apresenta alguns exemplos de Pictogramas, bem como a sua devida identificação.

Figura 88: Exemplos de Pictogramas

Símbolo indicativo de **produto inflamável**, quando visualizá-lo em um frasco de reagente, tome cuidado para não expor o produto perto de chamas ou de lugares quentes (abafados). Além disso, pode ser visto em caminhões de carga, postos de combustíveis, depósitos de gases e outros.

Símbolo indicativo de **radioatividade** empregado para identificar produtos químicos radioativos, que apresentam riscos em caso de exposição. Presente em estabelecimentos de saúde (clínicas odontológicas, hospitais ou locais de exames de raios X). Para manuseá-los, se faz necessário o uso de luvas e macacão adequados.

Símbolo indicativo de **Liquido corrosivo.** São encontrados em frascos de líquidos como o ácido muriático (ácido clorídrico) encontrado em farmácias, hidróxido de sódio (soda cáustica) encontrado em supermercados e bastante utilizado para a produção de sabão caseiro. Por serem vendidos sem nenhuma restrição e orientação nestes estabelecimentos, se faz necessário bastante cuidado durante o manuseio, a fim de evitar queimaduras de diferentes graus.

Símbolo indicativo **de risco de choque elétrico.** São encontrados nas áreas externas de subestações de energia elétrica, aparelhos elétricos, cercas de segurança, geradores de energia entre outros.

Símbolo indicativo **de risco biológico.** Bastante encontrado em estabelecimentos de saúde (unidades básicas de saúde, clínicas, hospitais e outros). É colocado em lixeiras, a fim de sinalizar que o resíduo pode conter produtos que ofereçam tais riscos as pessoas e ao meio ambiente, se descartado incorretamente.

Símbolo indicativo de **explosão,** que representa o risco do material se projetar. Muito utilizado em veículos e locais que armazenam gases e outros materiais. No laboratório, aparece em algumas substâncias, tais como os éteres. Logo, se faz necessário, um cuidado minucioso ao manuseá-lo.

A caveira no símbolo já nos remete a uma ideia de morte ou risco da mesma. Indica que o material a ser manipulado possui características de **Substância venenosa,** devendo-se evitar o contato com a pele. Além disso, indica que a ingestão ou inalação do produto pode levar a morte da pessoa exposta.

Fonte: (ECHA, 2016, https://echa.europa.eu/chemicals-in-our-life/clp-pictograms)

Os Pictogramas apresentados acima, são somente alguns dentre centenas de outros existentes que podem ser encontrados em diferentes sites de pesquisa. Na Figura 89 é apresentado mais um grupo de Pictogramas comumente encontrados em diferentes lugares.

Figura 89: Pictogramas de segurança

Fonte: (ECHA, 2016, https://echa.europa.eu/chemicals-in-our-life/clp-pictograms)

A sigla GHS é o acrônimo de *The Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals* – Sistema Harmonizado Globalmente para a Classificação de Produtos Químicos. Trata-se de uma abordagem lógica e abrangente para:

- Definição dos perigos dos produtos químicos;
- Criação de processos de classificação que usem os dados disponíveis sobre os produtos químicos que são comparados a critérios de perigo já definidos;
- A comunicação da informação de perigo em rótulos e FISPQ (Fichas de Informação de Segurança para Produtos Químicos).

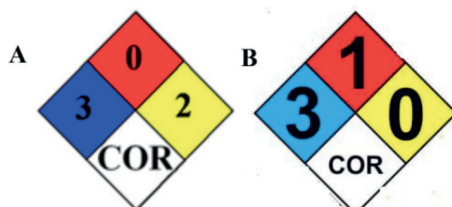
1.2 Diagrama/diamante Hommel ou diamante de perigo

O Diamante de Hommel é utilizado pela Associação Nacional para Proteção contra incêndios nos Estados Unidos da América (EUA). Na simbologia, cada um dos losangos expressa um tipo de risco, ao qual é atribuído um grau de risco. Estes por sua vez variam de 0 a 4, conforme o risco oferecido. Além disso, utiliza-se a indicação de cor (branco. Azul, vermelho e amarelo), que representa, respectivamente: risco específicos, à saúde, incêndio e reatividade (MACHADO; SALVADOR, 2005; TAVARES; BENDASSOLLI, 2005). Conforme apresentado, na Figura 90 abaixo.

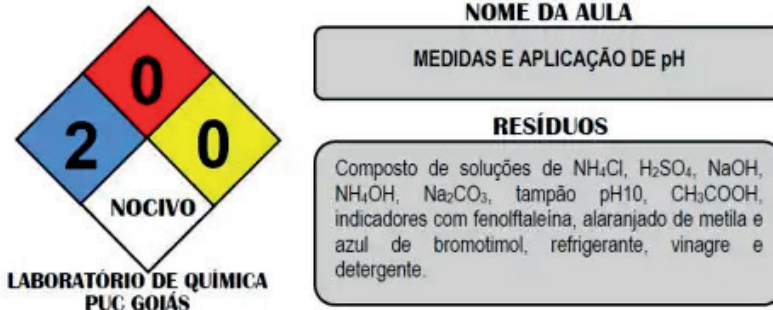
Figura 90: Ilustração do Diamante de Hommel

Fonte: Acervo do autor (2023).

Vejamos abaixo alguns exemplos de classificação de substância, segundo o Diamante de Hommel, conforme apresentado na Figura 91.

Figura 91: Exemplos de Diamantes para (a) ácido sulfúrico e (b) amônia.

Fonte: Acervo do autor (2023).

A Figura 92 abaixo apresenta um exemplo de Diamante de Hommel utilizado para armazenar resíduos químicos até a destinação final.

Figura 92: Exemplo de preenchimento do Diamante de Hommel para resíduos acondicionados em laboratórios.

Fonte: Acervo do autor (2023).

A Figura 93 apresenta exemplos de ficha de preenchimento a ser utilizado em armazenamento de resíduos químicos.

Figura 93: Exemplos de ficha de preenchimento

Fonte: Acervo do autor (2023).

A partir de toda a apresentação e exemplificação de Normas de Segurança e descarte de resíduos, espera-se que os futuros profissionais possam adquirir as seguintes habilidades: reconhecer e diferenciar os diversos Pictogramas e interpretar e montar um Diamante de Hommel para ser etiquetado em recipientes de resíduos químicos no ambiente de trabalho. É importante destacar a importância de um sistema de gerenciamento de resíduos tanto para a proteção das pessoas que podem ficar expostas, quanto para o descarte inadequado no meio ambiente, comprometendo o equilíbrio de diferentes biotas aquáticas (MEIRA et al., 2010; NOLASCO; TAVARES; BENDASSOLLI, 2006).

REFERÊNCIAS

AMORIM, F. A. C. et al. Espectrometria de absorção atômica: o caminho para determinações multi-elementares. **Química Nova**, v. 31, n.2, p. 201-210, 2022.

ANDRADE, J. C. Química Analítica Básica: Liberdade para aprender Análise Gravimétrica Convencional. **Revista Chemkeys**, v. 4, p. 1-7, 2022. http://dx.doi.org/10.20396/chemkeys.v4i00.17383

ANDRADE, J. C. Volumetria de neutralização: conceitos e curvas de titulação. **Revista Chemkeys**, v.2, p.1-14, 2020. http://dx.doi.org/10.20396/chemkeys.v2i.13737

ANDRADE, J. C. Química Analítica Básica: A escolha da titulação redox. **Revista Chemkeys**, v. 3, p. 1-13, 2021. http://dx.doi.org/10.20396/chemkeys.v3i00.15992

ANDRADE, J. C. Determinações iodométricas. **Revista Chemkeys**, v.1, n.1, p. 1-6, 2001.

BACCAN, N.; ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. C. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. Editora Unicamp, 3 ed. Campinas, 2001.

BARACHO, P. R. et al. Análise do Teor de Chumbo em Louças Utilitárias Comercializadas no Brasil. **Cerâmica Industrial**, v. 14, n.4, p. 39-42, 2012. http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2014.023

BIELEMANN, N. J. et al. Determinação de enxofre em shampoo por espectrofotometria UV-Vis: Avaliação de Métodos de preparo de amostras. **Química Nova**, v. 40, n.7, p. 785-790, 2017. http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170052

CABALLERO, E. M. C.; ÁLVAREZ, V. H.; SANTOS, A. F. Dosagem de sulfato por turbidimetria em solos tiomórficos. **Acta Agronómica**, v. 63, n.1, p, 42-47, 2014.

CALDAS, B. S. et al. Determinação de açúcares em suco concentrado e néctar de uva: comparativo empregando refratometria, espectrofotometria e cromatografia líquida. **ScientiaChromatographica**, v. 7, n.1, p. 53-63, 2015; http://dx.doi.org/10.4322/sc.2015.016

CANO, C. B.; FELSNER, M. L.; BRUNS, R. E. Precisão dos métodos refratométricos para análise de umidade em mel. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.27, n.2, p. 328-332, 2007.

CARDOSO, P. C. et al. Development and application of a liquid chromatography-mass spectrometry method for the determination of sugars and organics acids in araza, ceriguela, guava, mango and pitanga. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 24, n.1, p. 1-14, 2021. https://doi.org/10.1590/1981-6723.16920

CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. Editora John Wiley & Sons, Inc., 5 ed. EUA, 1994.

CRUZ, L. P. S.; CAMPOS, V. P. Métodos de amostragem e análise para compostos reduzidos de enxofre atmosférico. **Química Nova**, v. 31, n.5, p. 1180-1189, 2009.

COLLINS, C. H. I. Michael Tswett e o “nascimento” da Cromatografia. **Scientia Chromatographica**, v.1, n.1, p.7-20, 2009.

COSTA, L. F. et al. Aplicação de Técnica de Microextração Líquido-Líquido Dispersiva à para Análise de Antibiótico Norfloxacino em Peito de Frango (*Pectoralis Major*) por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência com Detector de Fluorescência. **Revista Virtual de Química**, v. 12, n.3, p. 2-13, 2020. https://doi.org/10.21577/1984-6835.20200054

DALLAGO, R. M.; SMANIOTTO, A.; OLIVEIRA, L. C. A. Resíduos sólidos de curtumes como adsorventes para remoção de corantes em meio aquoso. **Química Nova**, v. 28, n.3, p. 433-437, 2005.

DEGANI, A. L. G.; CASS, Q. B.; VIEIRA, P. C. Cromatografia: Uma breve revisão. **Química Nova na Escola**, v.1, n. 7, p. 21-25, 1998.

FIGUERÊDO, D. V. **Manual para Gestão de Resíduos Químicos Perigosos de Instituições de Ensino e de Pesquisa.** 1. ed. Belo Horizonte: Conselho Regional de Química de Minas Gerais, 2006.

FIGUEIREDO, M. V. B.et al. **Boas Práticas de Laboratório - BPL:** um guia operacional do Instituto Agronômico de Pernambuco – IPA, Recife: Instituto Agronômico de Pernambuco - IPA, 2012. 86p.

FRANCO, E. et al. Validação de método analítico por extração líquido-líquido e análise por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas para detecção de ácidos haloacéticos em amostras ambientais. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 26, n. 4, p.711-720, 2021. https://doi.org/10.1590/S1413-4152202000500

GAMBALONGA, G. P. et al. Validação do método de determinação de óxido de boro em ulexitas colemanitas e boratos por absorção atômica. **Revista de Engenharia e Tecnologia**, v. 14, n.2, p. 201-210, 2022.

GANDOLFI, R. C. et al. The importance of the high efficiency liquid chromatography technique in the isolation of pure esomeprazol. **International Journal of Health Management Review**, v.6, n.1, p. 1-12, 2020. https://doi.org/10.37497/ijhmreview.v6i1.193

GOMES, P. R. B. et al. Estudo da Composição Química e Aplicação do Óleo Essencial *Origanum vulgare L* como Agente Antibacteriano em Sururu (*Mytellacharruana*) *in natura*. **Revista Virtual de Química**, v. 11, n.6, p. 1693-1711, 2019.

HARRIS, D. **Analise Química Quantitativa**. Editora LTC, 5 ed. Rio de Janeiro, 2001.

JESUS, J. G. R.; SOUZA, C. K. A. C.; JERALDO, V. L. S. Utilização de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência para o diagnóstico Laboratorial. **Caderno de Graduação – Ciências Biológicas e da Saúde – UNIT**, v.7, n. 2, p.11-19, 2022.

KASPERA, D. et al. Metodologias de Coleta, preservação e armazenamento de amostras de água para análise de Mercúrio – Uma revisão. **Química Nova**, v. 38, n.3, p. 410-418, 2015. http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20150020

LIMA JÚNIOR, R. N.; ABREU, F. O. M. S. Produtos Naturais Utilizados como Coagulantes e Floculantes para Tratamento de Águas: Uma Revisão sobre Benefícios e Potencialidades. **Revista Virtual de Química**, v. 10, n.3, p. 709-735, 2018.

LUCENA, G. L. et al. Cinética de adsorção de cobre (II) utilizando bioadsorventes. **Scientia Plena**, v. 8, n.9, 2012.

MACHADO, A. M. R.; SALVADOR, N. N. B. **Normas de Procedimentos para segregação, identificação, acondicionamento e coleta de resíduos químicos. Universidade Federal de São Carlos**. Coordenadoria Especial do Meio Ambiente – Unidade de Gestão de Resíduos, 2005. 41p.

MARROTA-OLIVEIRA, S. S. A.; MARCHETTI, J. M. Determinação de heparina fracionada em preparações farmacêuticas utilizando turbidimetria. **Química Nova**, v. 34, n.6, p. 1063-1067, 2011.

MEIRA, A. M. et al.**Guia para o gerenciamento de resíduos – *campus* "Luiz de Queiroz":** saiba o que fazer para reduzir, reutilizar e encaminhar resíduos. Piracicaba:

MENDES, V. C.; BARROS, M. G.; AGUIAR, V. S. Botões florais do Cravo-da-índia: Extração e aplicação de seu óleo essencial como agente larvicida no combate à Dengue. **Journal of Innovation and Science: research and application**, v. 1, n. 1, p. 1-12, 2021. https://doi.org//10.56509/joins.2021.v1.18

MESSEDER, J. C.; SANTOS, R. L. L.; CASTRO, D. L. Variações de ensaios de chamas como propostas experimentais para o ensino de Química. **Chemical Education in Point of View**, v. 2, n.1, p. 144-160, 2019.

MOREIRA, F. A.; TRUGO, L. C.; MARIA, C. A B. Aplicação da Cromatografia por Exclusão e da Cromatografia Gasosa de Alta Resolução na análise do café. **Química Nova**, v. 20, n.1 p.5-8, 1997.

MORGANO, M. A.; MORIYA, C.; FERREIRA, M. M. C. Determinação Quantitativa do Teor de Sacarose em Açúcar Cristal por Espectroscopia FT-IR/ATR e Regressão Multivariada. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.6, p. 77-83, 2007.

NASCIMENTO, R. F. et al. **Cromatografia gasosa: aspectos teóricos e práticos**. Fortaleza: Imprensa Universitária, 2018.

NEGRETO, C. M. U. et al. Análise de transportador lipídico nanoestruturado contendo vitamina E através da espectrofotometria UV/VIS. ***Disciplinarum Scientia***, v. 14, n. 1, p. 89-98, 2013.

NOLASCO, F. R.; TAVARES, G. A.; BENDASSOLLI, J. A. Implantação de programas de gerenciamento de resíduos químicos laboratoriais em universidades: análise crítica e recomendações. **Engenharia Sanitária Ambiental**, Rio de Janeiro, v. 11, n. 2, p.118-124, 2006.

NOMURA, C. S.; SILVA, C. S.; OLIVEIRA, P. V. Análise direta de sólidos por Espectrometria de Absorção Atômica com Atomização em Forno de Grafite: Uma revisão. **Química Nova**, v. 31, n. 1, p. 104-113, 2008.

OLIVEIRA, D. M. et al. Obtenção de Biodiesel por Transesterificação em dois estágios e sua caracterização por Cromatografia Gasosa: Óleos e gorduras em laboratório de química orgânica. **Química Nova**, v. 36, n.5, p. 734-737, 2013.

PEREIRA, A. S.; NETO, F. R. A. Estado da arte da Cromatografia Gasosa de alta resolução e alta temperatura. **Química Nova**, v. 23, n.3, p. 370-379, 2000.

PEREIRA, A. C. et al. Agronomic performance of sacarino sorghumassessed in the Cáceres-Mato Grosso region. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 8, p. 1-8, 2022. https://doi.org/10.33448/rsd-v11i8.30047

PINTO, A. G. N. et al. Efeitos da ação antrópica sobre a hidrogeoquímica do rio Negro na orla de Manaus/AM. **Acta Amazônica**, v.39, n.3, p. 627-638, 2009.

QUEIROZ, F. et al. Processo de reaproveitamento da água da Vinhaça. **Enciclopédia Biosfera**, v. 14, n. 26, p. 1395-1405, 2017. https://www.conhecer.org.br/ojs/index.php/biosfera/article/view/808

QUINTINO, M. S. M. et al. Uso da espectrofotometria UV-Vis para diferenciar as colorações do biodiesel de Palma e do corante marcador de óleo diesel. **Química Nova**, v. 40, n.7, p. 818-823, 2017. http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170044

RANGEL, P. A.; CELINO, J. J. Espectrometria de emissão óptica versus espectrometria de absorção atômica na determinação de metais traço em sedimentos de corrente. **Cadernos de Geociências**, v. 10, n. 1, p. 60-75, 2013.

ROCHA, F. R.; TEIXEIRA, L. S. G. Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria UV-Vis. **Química Nova**, v. 27, n.5, p. 807-812, 2004.

RODRIGUES, D. H. S.; OLIVEIRA, A. C. Avaliação de uma proposta contextualizada sobre o ensino de polarimetria nos cursos de farmácia e engenharia de alimentos, na Universidade Federal do Ceará. **Química Nova**, v. 32, n.1, p. 250-256, 2009.

RODRIGUES, L. C.; SANTANA, M. A. E. Determinação do teor de sílica em madeira por espectroscopia de absorção atômica de chama versus espectroscopia no ultravioleta visível. **Ciência Florestal**, v. 18, n.2, p. 259-264, 2008.

RUBIM, A. M. et al. Validação de metodologia por UV/VIS para quantificação de cetoconazol em comprimidos. **Revista Brasileira de Farmácia**, v.93, n.4, p. 510-514, 2012.

SALA, O. Uma introdução a espectroscopia atômica – O átomo de Hidrogênio. **Química Nova**, v. 30, n.7, p. 1773-1775, 2007.

SALA, O. Uma introdução à espectroscopia Atômica. II- O espectro do sódio. **Química Nova**, v. 30, n. 8, p. 2057-2061, 2007.

SALDANHA, T. C. B.; ARAÚJO, M. C. U.; NETO, B. B. Análise multicomponente simultânea por Espectrofotometria de Absorção Molecular UV-Vis. **Química Nova**, v. 22, n.6, p. 347-353, 1999.

SANTOS, G. R. et al. Avanços analíticos baseados em modelos de calibração de primeira ordem e Espectroscopia UV-Vis para avaliação da qualidade da água: Uma revisão – Parte 1. **Química Nova**, v. 45, n.3, p. 314-323, 2022. http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170830

SANTOS, M. E.; DEMIATE, I. M.; NAGATA, N. Determinação simultânea de amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo em alimentos via espectrofotometria UV-VIS e métodos de calibração multivariada. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30, n.4, p. 903-909, 2010.

SANTOS, S. B.; SAMUELSSON, E. Importância da análise físico-química da água mineral. **Revista Científica da Faculdade de Educação e Meio Ambiente**, v.13, p. 2022. http://dx.doi.org/10.31072

SANTOS, V. B. et al. Evaluation of Turbidimetric and Nephelometric Techniques for Analytical Determination of N-Acetylcysteine and Thiamine in Pharmaceutical Formulations Employing a Lab-Made Portable Microcontrolled Turbidimeter and Nephelometer. **Journal Brazilian Chemical Society**, v. 22, n. 10, p. 1968-1978, 2011.

SILVA, A. C. N. G.; AMARANTE, C. B. Determinação de metais nas folhas de chás de Pariri (*Arrabidaea chica*), por espectroscopia de absorção atômica, oriundas da feira do ver-o-peso e distrito de Mosqueiro (PA). **Enciclopédia Biosfera**, v. 16, n.29, p. 1-15, 2019. http://dx.doi.org/10.18677/EnciBio_2019A52

SILVA, C. C.; ASSUNÇÃO, L. F.; FILHO, J. W. S. Determinação da inversão de sacarose em caldo de cana-de-açúcar submetido a tratamento por irradiação micro-ondas para produção de açúcar. **Revista Brasileira de Ciência, Tecnologia e Inovação (RBCTI)**, v. 2, n.1, p. 6-12, 2017. https://doi.org/10.18554/rbcti.v2i1.1115

SILVA, C. G. A.; COLLINS, C. H. Aplicações de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência para o estudo de poluentes orgânicos emergentes. **Química Nova**, v. 34, n. 4, p. 665-676, 2011.

SILVA, J. M.; ZINI, C. A.; CARAMÃO, E. B. Aplicação da Cromatografia Gasosa Bidimensional abrangente com microdetector de captura de elétrons para determinação de agrotóxicos em sedimentos. **Química Nova**, v. 34, n. 6, p. 962-967, 2011.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica.** Tradução da 8 ed. Americana. Editora Thomson: São Paulo, 2007.

SOUSA, A. K. M. et al. Avaliação do fator de proteção solar (FPS) de fotoprotetores através da técnica de espectrofotometria UV/VIS. **Journal of Applied Pharmaceutical Sciences**, v.6, n.1, p. 114-117, 2019.

TAVARES, G. A.; BENDASSOLLI, J. A. Implantação de um programa de gerenciamento de resíduos químicos e águas servidas nos laboratórios de ensino e pesquisa no CENA/USP. **Química Nova**, v. 28, n. 4, p.732-738, 2005.

TOLENTINO JÚNIOR, D. S. et al. Review on liquid chromatography coupled with mass spectrometry applied to food toxicological analysis. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 5, p. 1-14, 2021. https://doi.org/10.33448/rsd-v10i5.15419

SOBRE O AUTOR

CLEISEANO EMANUEL DA SILVA PANIAGUA - Técnico em Química pelo Colégio Profissional de Uberlândia (2008), Bacharel em Química pela Universidade Federal de Uberlândia (2010), Licenciado (2011) e Bacharel em Química Industrial (2023) pela Universidade de Uberaba (UNIUBE), em Ciências Biológicas (2021) e em Física (2022) pela Faculdade Única de Ipatinga (FUNIP). Especialista em Metodologia do Ensino de Química e em Ensino Superior pela Faculdade JK Serrana em Brasília (2012), especialista em Ensino de Ciências e Matemática pelo Instituto Federal do Triângulo Mineiro (2021), especialista em Ciências Naturais e Mercado de Trabalho (2022) pela Universidade Federal do Piauí (UFPI) e especialista em Química Analítica pela Faculdade Metropolitana do Estado de São Paulo (FAMEESP) em 2024. Mestre (2015) e doutor (2018) em Química Analítica pela Universidade Federal de Uberlândia (UFU). Realizou o primeiro estágio Pós-Doutoral (de maio de 2020 a abril de 2022) e cursou o segundo estágio (2022-2024) na UFU com ênfase na aplicação de novos agentes oxidantes utilizando radiação solar para remoção de Contaminantes de Preocupação Emergente (CPE) em efluentes de uma estação de tratamento de esgoto. Atuou como técnico em laboratório/Química pelo Instituto Federal de Goiás (2010-2022), químico e responsável técnico pelos laboratórios da Unicesumar/Polo Patrocínio e professor do SENAI de Minas Gerais e Goiás. Atualmente é professor de química do Colégio Militar do Tocantins em Araguaína/TO. Atuando nas seguintes linhas de pesquisa: (*i*) Desenvolvimento de novas metodologias para tratamento e recuperação de resíduos químicos gerados em laboratórios de instituições de ensino e pesquisa; (*ii*) estudos de acompanhamento do CPE; (*iii*) Desenvolvimento de novas tecnologias avançadas para remoção de CPE em diferentes matrizes aquáticas; (*iv*) Aplicação de processos oxidativos avançados (H_2O_2/UV C, TiO_2/UV-A e foto-Fenton e outros) para remoção de CPE em efluentes de estação de tratamento de efluentes para reuso; (*v*) Estudo e desenvolvimento de novos bioadsorventes para remediação ambiental de CPE em diferentes matrizes aquáticas; (*vi*) Educação Ambiental e; (*vii*) alfabetização científica e processos de alfabetização na área de Ciências Naturais, especialmente biologia e química. É membro do corpo editorial da Atena Editora desde 2021 e já organizou mais de 80 e-books e publicou 42 capítulos de livros nas diferentes áreas de Ciências da Natureza, Engenharia Química e Sanitária/Ambiental, Meio ambiente dentre outras áreas afins.

ÍNDICE REMISSIVO

A

B

C

ÍNDICE REMISSIVO

I

K

L

M

N

O

P

Q

R

S

T

V